

Efeito de diferentes tratamentos de superfície em fibras de resina termoplástica na resistência e módulo flexural de barras de resina acrílica

Effect of different surface treatments on the termoplasthic resin fibers in flexural strength and modulus of acrylic resin bars

Rodrigo B. FONSECA¹, Isabella N. FAVARÃO², Amanda V. B. KASUYA², Fernanda C. S. LOURENÇO³, João B. SOUZA¹, Lawrence G. LOPES¹.

1 Professor Adjunto da Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, Departamento de Odontologia Restauradora, Goiânia, Goiás, Brasil.

2 Mestranda em Clínica Odontológica, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Goiás, Brasil.

3 Graduada em Odontologia pela Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Goiás, Brasil.

RESUMO

Objetivo: Este trabalho avaliou a resistência flexural em barras de resina acrílica reforçada com fibras de resina termoplástica submetidas a diferentes tratamentos. **Material e Método:** Cinco grupos experimentais foram criados (N=10), tendo como fator em estudo o tipo do tratamento superficial das fibras (controle sem fibra (Ctrl), fibra pura (FP), silanização (Fsil), pré-impregnação com adesivo (Fimp), silanização + pré-impregnação (Fsil/imp)). Barras (25x2x2mm) foram submetidas a teste de resistência à flexão de 3 pontos, obtendo-se os valores de resistência flexural (RF) e módulo flexural (MF). Os dados de RF (MPa) e MF (GPa) foram submetidos ao teste ANOVA.

Resultados: A análise estatística demonstrou semelhança entre grupos ($p=0,298$ para RF; $p=0,549$ para MF). Para RF, observou-se: Ctrl (15614,68±7119,25)[^], FP (14903,31±5743,65)[^], Fsil (11142,47±5629,92)[^], Fimp (16365,10±9284,60)[^], Fsil/imp (11882,56±3544,39)[^]. Para MF, observou-se: Ctrl (3996,30±2025,46)[^], FP (3275,14±1841,26)[^], Fsil (3491,54±2812,14)[^], Fimp (4544,46±3357,18)[^], Fsil/imp (2842,16±1193,13)[^]. **Conclusão:** Pode-se concluir que o tipo de tratamento superficial das fibras de resina termoplástica não proporciona melhorias em RF e MF em barras de resina acrílica.

PALAVRAS-CHAVE: Resinas acrílicas, resistência de materiais, microscopia eletrônica de varredura

INTRODUÇÃO

A confecção de próteses provisórias durante o tratamento protético é necessária para o estabelecimento antecipado de parâmetros funcionais e estéticos que serão efetivamente mantidos nas próteses definitivas¹. Estas próteses são comumente confeccionadas em resina acrílica, sendo que este material apresenta valores relativamente baixos de resistência flexural², o que o torna mais propenso a fraturas³⁻⁵.

Com o intuito de aumentar a resistência de materiais, as fibras vem sendo amplamente utilizadas e investigadas como alternativa de reforço estrutural em resinas protéticas⁶⁻⁹, destacando-se as fibras de carbono, polietileno, aramida e de vidro. Entretanto, por meio de processos industriais algumas resinas podem se tornar fibras de alta resistência. Os fios dentais, por exemplo, são compostos por fibras de resinas termoplásticas e possuem boa resistência a tração¹⁰. Todavia, a associação de resina termoplástica e resina composta resulta em queda na resistência flexural devido à deficiente adesão entre os dois materiais¹⁰; fato extremamente importante, uma vez que as pesquisas apontam que a maior parte das falhas em fratura ocorre na interação das fibras com a resina que as reveste^{10,11}.

A interação fibra/resina pode ser ampliada através do uso de fibras silanizadas, pois estas possuem maior energia de superfície e tendem a ser melhor impregnadas, resultando em melhor aderência a polímeros¹². Além disto, caso as fibras sejam pré-impregnadas com resina, resultariam em maior resistência no reforço de próteses^{10,13}. Portanto, com a intenção de ampliar

a resistência à fratura de próteses provisórias faz-se necessário analisar os diversos tipos de tratamento superficial nas fibras de resina termoplástica e seus efeitos no reforço estrutural de barras de resina acrílica, como uma alternativa de baixo custo para o reforço de restaurações provisórias.

Este trabalho tem por objetivo avaliar a resistência e módulo flexural em barras de resina acrílica autopolimerizável, variando o tipo de tratamento superficial das fibra de resina termoplástica (pura; silanização; pré-impregnação com adesivo a base de bisGMA; silanização e pré-impregnadas com adesivo a base de bisGMA). Espera-se que a resina termoplástica tratada superficialmente resulte em maiores resultados de resistência e módulo flexural, tornando-se uma alternativa de reforço às resinas acrílicas.

MATERIAL E MÉTODO

Testes piloto foram realizados de modo a identificar a melhor técnica para a remoção da cera presente nas fibras de resina termoplástica com o uso de diferentes solventes orgânicos (acetona 100%, álcool 99,3%, clorofórmio 100%). Amostras de fio dental foram limpas com estas substâncias e analisadas em microscópio óptico em aumento de 50x, constatando-se a solução de acetona a 100% promoveu uma melhor limpeza das fibras.

Cinco grupos experimentais foram criados (N=10), tendo como fator em estudo o tipo do tratamento superficial (controle sem fibra (Ctrl), fibra pura (FP), silanização (Fsil), pré-impregnação com adesivo a base de bisGMA (Fimp), silanização e pré-

-impregnação com adesivo a base de bisGMA (Fsil/imp)). Os materiais empregados e respectivos fabricantes estão listados na Tabela 1.

Tabela 1. Materiais empregados no estudo.

Material	Lote	Fabricante
Resina Termoplástica	P1210696	Sanifil, São Paulo, Brasil
Silano (agente de união)	10916	Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A, Londrina, Brasil
Resina Acrílica Autopolimerizável	030211	Artigos Odontológicos Clássico Ltd, São Paulo, Brasil
Adesivo do Sistema Adesivo Scotchbond	417329	3M-ESPE, Minnesota, Estados Unidos
Lixas de Carbetto de Silício 600, 1000 e 1200	**	Saint-Gobain, Courbevoise, França

Confecção das amostras

As dimensões das amostras foram 25mm ($\pm 2,0$) x 2mm ($\pm 0,1$) x 2mm ($\pm 0,1$) estando de acordo com a especificação ISO4049/2000¹⁴. Uma matriz padrão bi-partida em alumínio serviu como molde para confecção padronizada das amostras. Os reforços de fibra de resina termoplástica foram recortados no tamanho pré-estabelecido (23 mm) e em cada espécime padronizou-se a quantidade de reforço em 0,01g em peso, medidos em balança de precisão (HR-200, A&D Company Limited, Japan).

Para o grupo Sil as fibras de resina termoplástica foram silanizadas por 1 minuto; nos grupos Imp as fibras foram impregnadas com adesivo por meio de pincel microbrush; nos grupos Sil/Imp as fibras foram primeiramente silanizadas por 1 minuto e posteriormente o adesivo foi aplicado. Os tratamentos de superfície das fibras foram realizados antes de sua inserção na resina acrílica (JET, Artigos Odontológicos Clássico Ltd, São Paulo, Brasil). Para o grupo controle, a resina acrílica foi manipulada nas proporções pó/liquido estipuladas pelo fabricante e inserida na matriz metálica.

A fim de facilitar a inserção das fibras nos grupos que continham reforço, uma fina camada de resina (0,5mm) foi inserida na matriz metálica, e as fibras foram então posicionadas e cobertas com uma segunda camada de resina acrílica manipulada nas proporções pó/liquido estipuladas pelo fabricante. Nos grupos Fimp e Fsil/imp, após a polimerização da resina fez-se a polimerização da fibra por 60 segundos cada face com 1200mw/cm².

Para todos os grupos experimentais os moldes contendo os espécimes foram cobertos com tira de poliéster e submetidos a carga de 1000g a temperatura ambiente por 20 minutos, sendo os excessos removidos.

Após a confecção das amostras, as mesmas foram acabadas com lixas de carbetto de silício nas granulações 600, 1000 e 1200 manualmente em água corrente. Posteriormente, foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas para início do teste de resistência flexural.

Teste de Resistência Flexural

As amostras foram posicionadas em máquina de ensaio uni-

versal (EMIC DL-2000) sobre dois pontos com 20mm de distância entre si e equidistantes do centro, onde uma carga a velocidade constante de 0,5mm/min foi aplicada e a carga máxima à fratura registrada em N. A resistência flexural de cada amostra foi obtida, em MPa, de acordo com a seguinte fórmula: $R=PL/wb^2$, e o módulo flexural, em GPa, pela fórmula $MF= L^3.P/4.w.b^3.d$, onde "P" é a carga máxima aplicada até a fratura, "L" é a distância entre os apoios (20mm), "w" é a espessura da amostra (2mm) "b" a altura(2mm) e "d" é a deformação observada até o momento da fratura da amostra.

Análise dos dados coletados

Os dados coletados referentes à resistência e módulo flexural foram analisados estatisticamente no programa SSPS17.0 (SPSS Inc., Chicago, USA). A análise estatística foi realizada através do teste de distribuição normal de Kolmogorov-Smirnov e posteriormente os dados foram submetidos à análise por meio do teste ANOVA a fim de comparar a efetividade dos tratamentos de superfície. Todos os testes foram executados ao nível de significância de 5%.

Análise em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Amostras aleatórias de cada grupo foram selecionadas e analisadas em MEV. As foram fixadas em bases metálicas e colocados em cuba ultra-sônica com água deionizada durante 10 minutos e, em seguida recobertas com uma fina camada de ouro, sob vácuo, num dispositivo de pulverização catódica (MED 010; Balzers União, Balzers, Liechtenstein). As superfícies foram analisadas por MEV (DSM 940A; Zeiss, Oberkochen, Germany), focalizando-se as características de fratura, integridade e homogeneidade ao longo das interfaces entre as fibras de reforço e a resina acrílica.

RESULTADOS

Os dados de resistência flexural (MPa) e módulo de flexão (GPa) foram submetidas ao teste ANOVA demonstrando semelhança estatística entre os cinco grupos ($p=0,298$ para RF; $p=0,748$ para MF) os dados estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Média e desvio padrão para Resistência Flexural (MPa) e para Módulo Flexural (GPa), para os grupos experimentais e comparações estatísticas pelo teste ANOVA ($\alpha=5\%$).

Grupos	Resistência Flexural (MPa) (Médias \pm Desvio Padrão)	Módulo de Flexão (GPa) (Médias \pm Desvio Padrão)
Controle (Ctr)	15614,68 \pm 7119,25 A	3996,30 \pm 2025,46 A
Fibra pura (Fp)	14903,31 \pm 5743,65 A	3275,14 \pm 1841,26 A
Silano (Fsil)	11142,47 \pm 5629,92 A	3491,54 \pm 2812,14 A
Adesivo (Fimp)	16365,10 \pm 9284,60 A	4544,46 \pm 3357,18 A
Silano e adesivo (Fsil/imp)	11882,56 \pm 3544,39 A	2842,16 \pm 1193,13 A

Letras semelhantes na vertical demonstram semelhança estatística pelo teste ANOVA com $p=0,298$ para resistência flexura, e $p=0,549$ para módulo de flexão.

As amostras dos cinco grupos experimentais foram observadas em microscópio eletrônico de varredura (Fig. 1 a 5). Em geral as microscopias demonstraram fraca interação entre as fibras e matriz polimérica. Observou-se no grupo controle superfície de fratura lisa sem sinais de pérolas de acrílico (Fig. 1). No grupo FP (Fig. 2) a presença de pérolas de acrílico vistas na região de interação entre fibra/resina, caracteriza a incompleta reação de polimerização da resina acrílica, além da presença de espaços entre fibra/resina, demonstrando pobre interação micromecânica e adesiva. No grupo Fsil verificou-se o deslocamento total das fibras de reforço após a fratura (Fig. 3). No grupo Fimp foi possível visualizar poucos sinais de impregnação pela resina de revestimento, demonstrando uma pobre interação entre fibra/resina (Fig 4). A melhor interação fibra/resina foi observada no grupo Fsil/imp devido aos sinais de embricamento mecânico entre fibra/resina, e presença de resina impregnando as fibras de reforço (Fig. 5)

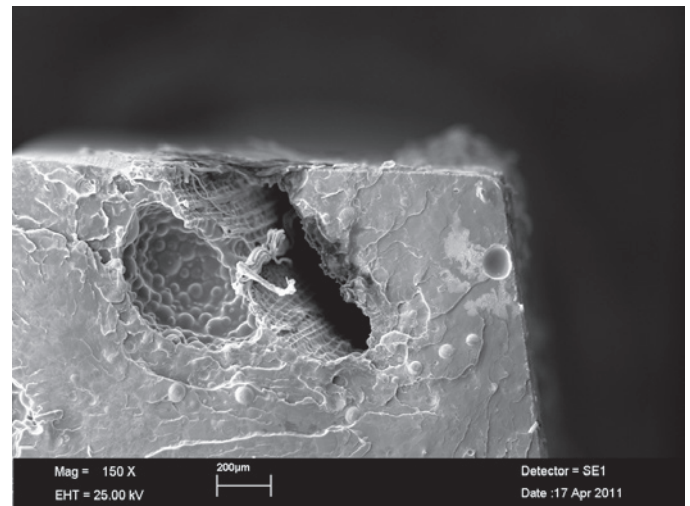


Figura 3. Grupo fibra silanizada. Deslocamento total das fibras de reforço (Aumento 150x).

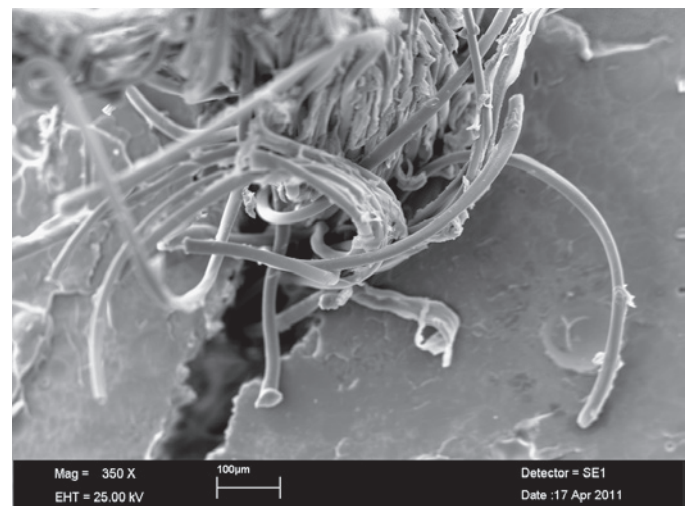


Figura 4. Grupo fibra pré-impregnada com adesivo a base de bisGMA. Interação fibra/resina deficiente com a presença de cera ao redor das fibras (Aumento 350x).

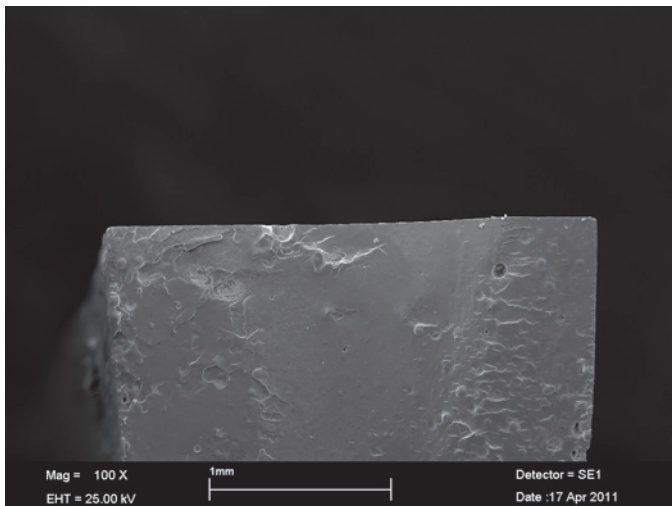


Figura 1. Grupo controle sem fibra (Aumento 100x).

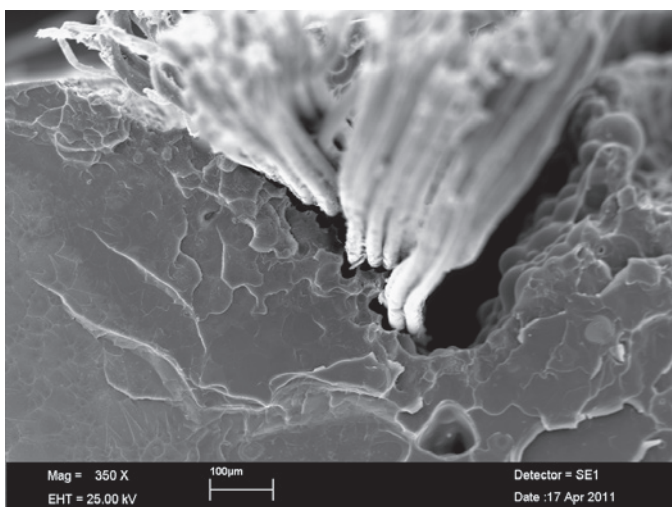


Figura 2. Grupo fibra pura. Presença de espaços entre fibra/resina, demonstrando pobre interação micromecânica e adesiva (Aumento 350x).

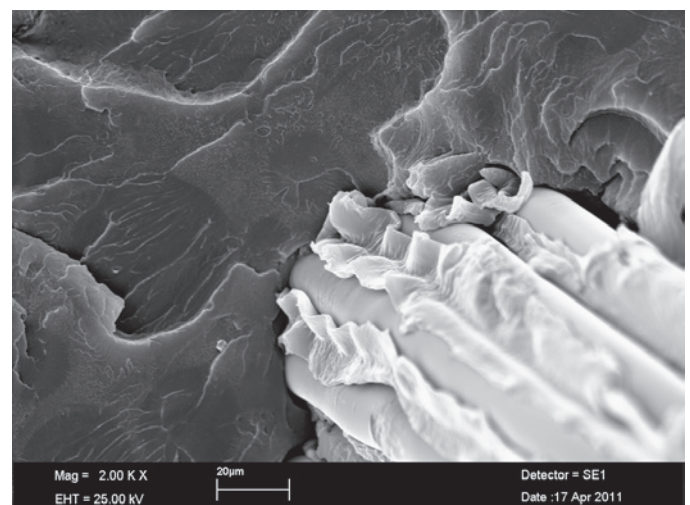


Figura 5. Grupo fibra silanizada e pré-impregnada com adesivo a base de bisGMA. Melhor interação fibra/resina com contato entre os materiais (embricamento micromecânico) e presença de resina impregnando as fibras, facilitando a adesão (Aumento 2.000x).

DISCUSSÃO

O presente estudo comparou o efeito de diferentes tratamentos superficiais de fibras de resina termoplástica na resistência e módulo flexural de barras de resina acrílica autopolimerizável. Foi inicialmente hipotetizado que os tratamentos de superfícies das fibras de reforço, sejam eles a silanização ou a pré-impregnação com adesivo a base de bis-GMA ou ambos, melhorariam os valores de resistência e módulo flexural de barras de resina acrílica. Os resultados do presente estudo demonstraram que independentemente do método utilizado para o tratamento superficial dos reforços de fibras não houve aumento nas propriedades mecânicas da resina acrílica, invalidando esta hipótese.

A efetividade do reforço com fibras depende de muitos fatores, sendo que quanto maior a quantidade de fibra inserida e quanto melhor sua interação com o material resinoso, melhor será a característica do reforço efetuado^{13,15,16}. Pelo fato de que a quantidade de fibra foi semelhante entre os grupos analisados pressupõe-se que a principal causa da ausência de reforço pelos métodos empregados seja devido à pobre interação entre fibras e resinas empregadas. Tal fato pode ser explorado sob dois pontos de vista importantes: a efetividade da limpeza superficial das fibras e a interação entre fibra-resina ocorrida posteriormente.

De acordo com Pfeiffer e Grube¹⁰ existe uma deficiente interação entre resina termoplástica e resina composta, o que resulta em queda na resistência flexural. Porém no presente estudo foi empregada fibra de resina termoplástica e resina acrílica, o que poderia resultar em diferentes mecanismos de interação. Na análise das imagens de MEV verifica-se que grande parte dos grupos resultou em pobres sinais de interação química e mecânica das fibras e resina acrílica (Figs 2, 3), ou mesmo das fibras e resina de impregnação a base de bisGMA (Fig 4), conforme relatado pelos autores supracitados.

Entretanto, na Figura 5, onde foi realizada a silanização associada a pré-impregnação com resina a base de bisGMA observou-se melhor molhamento das fibras. Embora este fato não tenha resultado em valores de resistência flexural estatisticamente superiores, em geral o uso associado desses tratamentos superficiais é usualmente importante para se conseguir uma efetiva interação entre reforços e matriz polimérica. A fim de melhorar a adesão entre o polímero e as fibras, o agente de união silano vem sendo utilizado há várias décadas¹⁷. Teorias têm sido propostas com relação à função do agente de união silano e, postulou-se que a adesão entre o silano e a fibra é baseada em dois tipos de ligações¹⁸. Uma dessas ligações é uma ponte de siloxano formada por um reação de condensação entre os grupos silanol e da superfície de sílica. Simultaneamente com esta reação de condensação, o grupo carbonil da molécula de silanol forma ligações de hidrogênio¹². Pelo fato do presente trabalho utilizar como meio de reforço fibras de resina termoplástica o efetivo reforço não pode ser conseguido, pois estas não apresentam sílica em sua composição, devido a falha na interação entre reforço e matriz polimérica.

Logo, embora os tratamentos superficiais não tenham proporcionado melhorias na resistência flexural e módulo flexural, suspeita-se que o problema pode ser advindo não somente destas técnicas, mas da dificuldade de promover o passo anterior de limpeza das fibras, efetuado neste estudo com solução de acetona a 100%. Mais estudos são necessários a fim de encontrar

uma melhor maneira de remover a cera que recobre as fibras de resina termoplástica previamente ao tratamento superficial executado no presente estudo.

CONCLUSÕES

Diante das limitações do presente estudo, pode-se concluir que o tipo de tratamento superficial das fibras de resina termoplástica não proporcionou melhorias em resistência flexural e módulo flexural em barras de resina acrílica.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Soares CJ, Pizi EC, Fonseca RB, Barbosa GAS, Martins LRM, Fernandes Neto AJ. Importância do Emprego de Próteses Provisórias na Recuperação de Dimensão Vertical Viabilizando Procedimentos Restauradores Diretos. *JBA*. 2004;4:27-32.
- Jagger DC, Jagger RG, Allen SM, Harrison A. An investigation into the transverse and impact strength of "high strength" denture base acrylic resins. *J Oral Rehabil*. 2002 Mar;29(3):263-7.
- Dyer SR, Lassila LV, Jokinen M, Vallittu PK. Effect of fiber position and orientation on fracture load of fiber-reinforced composite. *Dent Mater*. 2004 Dec;20(10):947-55.
- Magne P, Perakis N, Belser UC, Krejci I. Stress distribution of inlay-anchored adhesive fixed partial dentures: a finite element analysis of the influence of restorative materials and abutment preparation design. *J Prosthet Dent*. 2002 May;87(5):516-27.
- Geerts GA, Overturf JH, Oberholzer TG. The effect of different reinforcements on the fracture toughness of materials for interim restorations. *J Prosthet Dent*. 2008 Jun;99(6):461-7.
- Schreiber CK. Polymethylmethacrylate reinforced with carbon fibres. *Br Dent J*. 1971 Jan 5;130(1):29-30.
- Lassila LV, Vallittu PK. The effect of fiber position and polymerization condition on the flexural properties of fiber-reinforced composite. *J Contemp Dent Pract*. 2004 May 15;5(2):14-26.
- Kannan S, Vieira SI, Olhero SM, Torres PM, Pina S, da Cruz e Silva OA, et al. Synthesis, mechanical and biological characterization of ionic doped carbonated hydroxyapatite/beta-tricalcium phosphate mixtures. *Acta Biomater*. 2011 Apr;7(4):1835-43.
- Calvo-Guirado JL, Delgado-Ruiz RA, Ramirez-Fernandez MP, Mate-Sanchez JE, Ortiz-Ruiz A, Marcus A. Histomorphometric and mineral degradation study of Ossceram((R)): a novel biphasic B-tricalcium phosphate, in critical size defects in rabbits. *Clin Oral Implants Res*. 2011 Apr; 23(6):667-75.
- Pfeiffer P, Grube L. In vitro resistance of reinforced interim fixed partial dentures. *J Prosthet Dent*. 2003 Feb;89(2):170-4.
- Fonseca RB, Fernandes-Neto AJ, Correr-Sobrinho L, Soares CJ. The influence of cavity preparation design on fracture strength and mode of fracture of laboratory-processed composite resin restorations. *J Prosthet Dent*. 2007 Oct;98(4):277-84.
- Vallittu PK. Curing of a silane coupling agent and its effect on the transverse strength of autopolymerizing polymethylmethacrylate-glass fibre composite. *J Oral Rehabil*. 1997 Feb;24(2):124-30.
- Vallittu PK. Flexural properties of acrylic resin polymers reinforced with unidirectional and woven glass fibers. *J Prosthet Dent*. 1999 Mar;81(3):318-26.
- ISO Standard 2000. ISO 4049 Polymer based filling, restorative and luting materials. International Organization for Standardization 3rd edition. 1-27.

15. Soares CJ. Influência da configuração do preparo cavitário na distribuição de tensões e resistência à fratura de restaurações indiretas estéticas. [PhD Thesis]. Piracicaba: State University of Campinas; 2003.
16. Callaghan DJ, Vaziri A, Nayeb-Hashemi H. Effect of fiber volume fraction and length on the wear characteristics of glass fiber-reinforced dental composites. *Dent Mater.* 2006 Jan;22(1):84-93.
17. Clark HA, Pluddemann E. Bonding of silane-coupling agents in glass-reinforced plastics. *Modern Plastics.* 1963;40:133.
18. Soderholm KJ, Shang SW. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. *J Dent Res.* 1993 Jun;72(6):1050-4.

ABSTRACT

Objective: This study evaluated the flexural strength and flexural modulus of reinforced acrylic resin bars with thermoplastic fibers subjected to different treatments. **Material and methods:** Five experimental groups were created (N = 10), with the factor under study the type of treatment surface of fibers (control without fiber (Ctrl), pure fiber (PF), silanization (Fsil), pre-impregnated with adhesive (Fimp), silanization + pre-impregnation (Fsil/imp)). Bars (25x2x2mm) were tested for flexural strength with 3-point bending test, obtaining the values of flexural strength (FS) and flexural modulus (FM). The RF data (MPa) and MF (GPa) were submitted to

ANOVA test. Results: The statistical analysis showed similarity between groups ($p = 0.298$ for FS, $p = 0.549$ for FM). For FS, it was observed: Ctrl (15614.68 ± 7119.25) A, PF (14903.31 ± 5743.65) A, Fsil (11142.47 ± 5629.92) A, Fimp (9284 ± 16365.10) A, Fsil/imp (11882.56 ± 3544.39) A. For FM, observed: Ctrl (3996.30 ± 2025.46) A, FP (3275.14 ± 1841.26) A, Fsil (3491.54 ± 2812.14) A, Fimp (4544.46 ± 3357.18) A, Fsil/imp (2842.16 ± 1193.13) A. Conclusion: It can be concluded that the type of surface treatment of fibers of thermoplastic resin does not provide improvements in RF and MF acrylic resin bars. **KEYWORDS:** Acrylic resins, Material Resistance, Scanning Electron Microscopy.

ENDEREÇO PARA CORRESPONDÊNCIA:

Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca
Faculdade de Odontologia – Universidade Federal de Goiás
Praça Universitária esquina com 1ª.
Avenida, s/n, Setor Universitário
Goiânia - GO – Brasil. CEP: 74605-220
e-mail: rbfonseca.ufg@gmail.com
Tel.: +55-62-32096325.
Fax: +55-62-32096054.