

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)

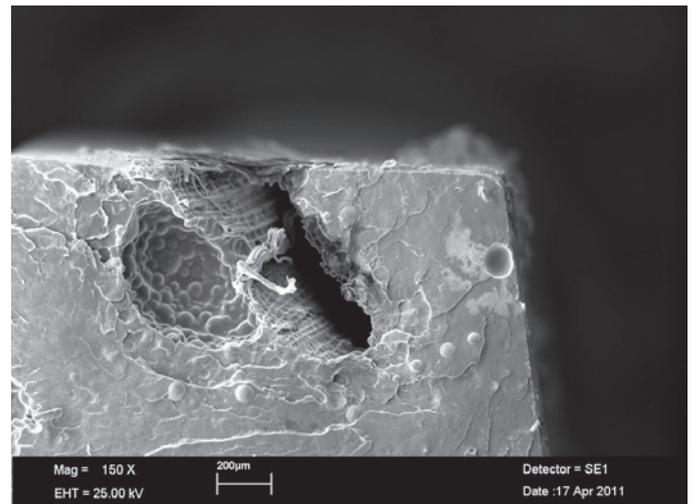


Figura 3. Grupo fibra silanizada. Deslocamento total das fibras de reforço (Aumento 150x).

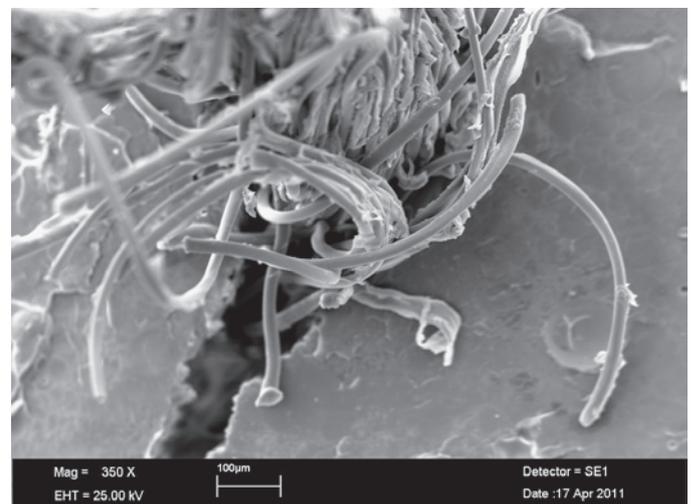


Figura 4. Grupo fibra pré-impregnada com adesivo a base de bisGMA. Interação fibra/resina deficiente com a presença de cera ao redor das fibras (Aumento 350x).

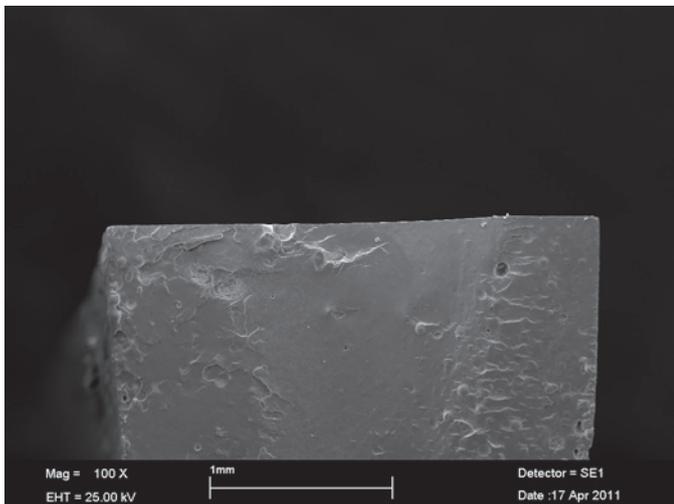


Figura 1. Grupo controle sem fibra (Aumento 100x).

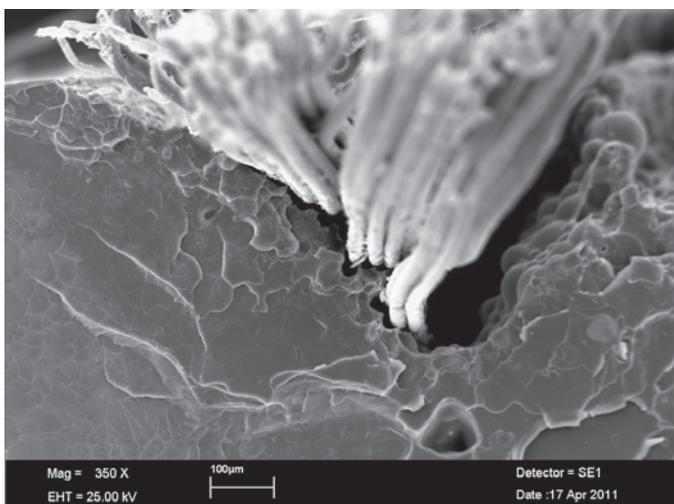


Figura 2. Grupo fibra pura. Presença de espaços entre fibra/resina, demonstrando pobre interação micromecânica e adesiva (Aumento 350x).

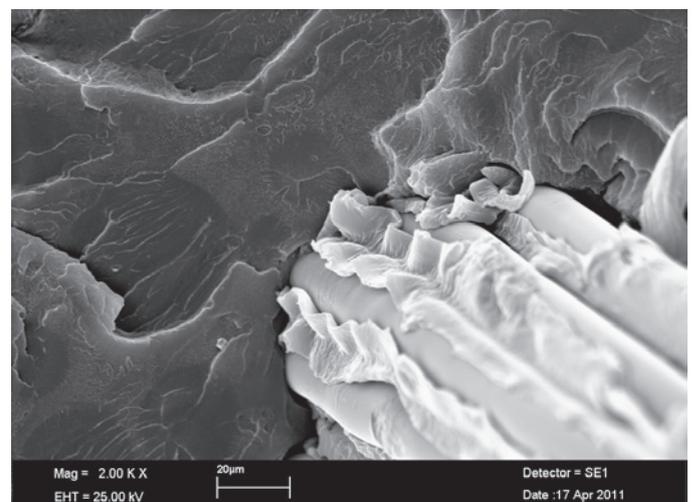


Figura 5. Grupo fibra silanizada e pré-impregnada com adesivo a base de bisGMA. Melhor interação fibra/resina com contato entre os materiais (embricamento micromecânico) e presença de resina impregnando as fibras, facilitando a adesão (Aumento 2.000x).

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.