



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA**



**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO  
CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAL  
COMPÓSITO À BASE DE PMMA REFORÇADO COM FIBRA DE VIDRO  
PARA USO ODONTOLÓGICO**

Autora: Vanessa Giusti-Paiva

Orientador: Prof. Dr. Wagner dos Santos Oliveira

Co-Orientadora: Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup>. Leila Peres

Dissertação de Mestrado apresentada à  
Faculdade de Engenharia Química como parte  
dos requisitos exigidos para a obtenção do título  
de Mestre em Engenharia Química.

Campinas - São Paulo

10/2008

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

P166d Paiva, Vanessa Giusti  
Desenvolvimento e caracterização de material  
compósito á base de PMMA reforçado com fibra de  
vidro para uso odontológico / Vanessa Giusti Paiva. --  
Campinas, SP: [s.n.], 2008.

Orientadores: Wagner dos Santos Oliveira, Leila  
Peres.  
Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de  
Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

2. Fibras de vidro. 3. Microondas. I. Oliveira,  
Wagner dos Santos. II. Peres, Leila. III. Universidade  
Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia  
Química. IV. Título.

Título em Inglês: Development and characterization of stuff composite to based  
on PMMA reinforced with fiberglass for use odontologic

Palavras-chave em Inglês: Fiber glass, Microwave

Área de concentração: Ciência e Tecnologia de Materiais

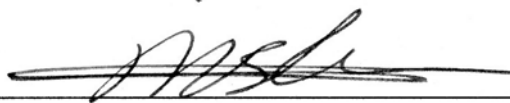
Titulação: Mestre em Engenharia Química

Banca examinadora: Lucia Helena Innocentini Mei, Almenara de Souza Fonseca  
Silva

Data da defesa: 09/10/2008

Programa de Pós Graduação: Engenharia Química

Dissertação de Mestrado apresentada por Vanessa Giusti Paiva e aprovada em 09 de outubro de 2008 pela banca examinadora constituída pelos doutores:



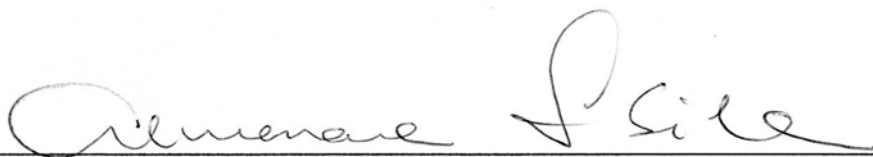
---

Prof. Dr. Wagner dos Santos Oliveira



---

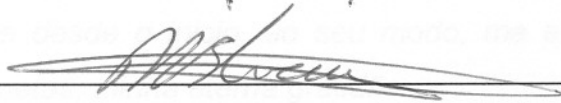
Profª. Drª. Lucia Helena Innocentini Mei



---

Profª. Drª. Almenara de Souza Fonseca Silva

Este exemplar corresponde à versão da Dissertação de Mestrado em Engenharia Química.



Prof. Dr. Wagner dos Santos Oliveira

Orientador

## *DEDICATÓRIA*

*A Deus, permanente presença em minha vida.*

*Ao meu marido, Rafael, pelo amor, compreensão, paciência e por todos os momentos felizes.*

*Aos meus pais, Edson e Denize, exemplo de renúncia e carinho a favor dos filhos. Vocês que desde o início, ao seu modo, me ensinaram a ter coragem para alcançar minhas metas, minha eterna gratidão.*

*Aos meus irmãos Alexandre e Karla, aos meus sobrinhos Gabriel e Catarina e à minha cunhada Roseli por vocês existirem e significarem muito mais do que pensam.*

*Aos meus estimados tios, Gibson e Ligia, aos meus primos Bruno, Bianca e Giovana e à minha avó Eurélia. A disponibilidade e o afeto de vocês por mim alimentam-me um sentimento de gratidão imensurável.*

*Às minhas queridas amigas, Carmen e Vera, pela amizade, carinho e hospedagem.*

*Ao meu querido amigo Sérgio, pelos auxílios, dicas e correções, meu obrigada.*

*Fazemos juntos, parte de um todo, e é a vocês que dedico este trabalho.*

## AGRADECIMENTOS

*Um dos melhores momentos do processo de escrever uma dissertação é aquele em que o autor tem a oportunidade de agradecer àqueles que o ajudaram, porque raramente (e neste caso certamente não) um pesquisador faz seu trabalho sozinho.*

*Meus sinceros agradecimentos:*

*Ao meu querido orientador Dr. Wagner dos Santos Oliveira, pela ajuda e incentivo neste grande passo da minha vida científica, pela competência e dedicação profissional.*

*À professora Dra. Leila Peres, pela co-orientação, amizade e sua sempre disponibilidade em ajudar. Através de sua dedicação a ciência e constante incentivo ao amadurecimento crítico-científico, meu obrigada.*

*À minha grande amiga e incentivadora Dra. Almenara de Souza Fonseca Silva pela amizade, ajuda, orientação, carinho e dedicação. Sem sua ajuda este trabalho não teria o mesmo resultado.*

*Aos colegas Denilton, Lilian, Ana Glaucia, Ângela, Carolina, Virgínia e Alexandrina, pela ajuda e companheirismo durante a execução deste trabalho.*

*Às técnicas do LUC: Kelly e Andréa.*

*Aos funcionários da Faculdade de Engenharia Química - UNICAMP, em especial à Tereza.*

*Ao Departamento de Tecnologia de Materiais - DTP - FEQ – UNICAMP, pela oportunidade de continuar os meus estudos e a todos os professores e seus alunos que direta e indiretamente colaboraram com a execução deste trabalho.*

*À empresa Vipi, pela disponibilidade no fornecimento dos materiais necessários para realização deste trabalho.*

*À empresa Saint-Gobain, pelo fornecimento das fibras e microfibras de vidro utilizadas neste trabalho.*

*Ao CNPq, pelo apoio financeiro tornando exeqüível este trabalho.*

*A todas as pessoas que de alguma maneira, direta ou indiretamente, contribuíram para esta conquista.*

***" A mente que se abre para uma nova idéia jamais voltará ao seu tamanho original. " Albert Einstein***

## RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência mecânica e a morfologia de fratura de resinas acrílicas sem e com reforço, processadas por microondas. Foram confeccionados 20 cp, sendo eles, Sem Reforço (SR), P246 5%, P246 8%, FSR 5%, FSR 8%, 688 5%, 688 8%, M14P 5% e M14P 8%, medindo 65 x 10 x 2,5mm, sendo os cp SR o grupo controle e os outros com os reforços de filamentos de fibra de vidro e microfibras de vidro. Utilizou-se para confecção das formulações estudadas a resina Vipi Wave, preparadas numa potência de 20 minutos/180W e 5 minutos/450W. Para as análises mecânicas foram feitas análises de variância e teste de Tukey,  $p < 0,05$ . Constatou-se um aumento significativo para todos os cp reforçados submetidos aos ensaios de resistência à flexão e ao módulo de elasticidade, destacando-se os reforços (P246 5%, P246 8%, 688 5% e 688 8%). Para a análise da dureza (Esquerda, Central e Direita) e para resistência ao impacto não foi observada diferença estatística significativa entre o grupo controle e os demais cp reforçados. Para a análise morfológica microestrutural da fratura foram utilizados fragmentos resultantes dos testes de impacto. Verificou-se uma melhor adesão entre a matriz polimérica e os reforços (P246 5%, P246 8%, 688 5% e 688 8%). Comparando-se os resultados dos ensaios mecânicos e a análise morfológica, concluiu-se que os reforços (P246 5%, P246 8%, 688 5% e 688 8%) apresentaram os melhores resultados,  $p < 0,05$ . Mesmo não sendo observada uma melhora na adesão entre os reforços (FSR 5% e FSR 8%) e a matriz polimérica, estes apresentaram resultados estatisticamente significantes,  $p < 0,05$ , em relação aos ensaios de resistência à flexão e ao módulo de elasticidade.

**Palavras-chave:** PMMA; fibra de vidro; microondas, compósito odontológico.



## **ABSTRACT**

The purpose of the present study is to evaluate the mechanical resistance and the fracture morphology of acrylic resins reinforced with glass fiber filaments and glass microfiber. 20 proof bodies (PB) were produced from each group, namely, no reinforcement (NR – control), P246 5%, P246 8%, FSR 5%, FSR 8%, 688 5%, 688 8%, M14P 5% and M14P 8%, measuring 65 x 10 x 2,5mm. These were made of a Vipi Wave microwave polymerized resin. Potencies employed were 20 minutes/180W and 5 minutes/450W. In order to perform the mechanical analysis, variation analysis and Tukey test  $p < 0,05$  were used. It was evidenced a significant improvement for all cp reinforcements submitted for flexion resistance analysis and the elasticity module analysis, evidencing the reinforcements (P246 5%, P246 8%, 688 5% e 688 8%). For the hardness tests (Left, Right and Center) and for impact. it was not observed significant differences between the control group and the reinforced PBs. For micro-structure morphology characterization were used fragments originated from impact tests. Through this technique, it was evidenced some positive interaction between the polymeric matrix and the reinforced PBs. Comparing the results of the mechanic analysis and morphologic analysis, is was concluded that that reinforcements (P246 5%, P246 8%, 688 5% e 688 8%) presented the best results,  $p < 0,05$ . Even that a better adhesion was not observed between reinforcement (FSR 5% e FSR 8%) and polymeric matrix, these presented significant improvements results,  $p < 0,05$ , in relation to flexion resistance analysis and elasticity module analysis.

**Key-words:** PMMA; fiberglass; microwave, odontologic composite

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Composição química de alguns tipos de fibra de vidro.....	13
Figura 2 Reatividade do silano frente a diferentes substratos.....	18
Figura 3 Dispositivo para confecção do molde em silicone.....	32
Figura 4 Mufla e contra mufla plásticas.....	33
Figura 5 Imagem do corpo-de-prova para ensaio mecânico e morfológico.....	34
Figura 6 Fragmentos resultantes do teste de resistência ao impacto.....	36
Figura 7 Resistência ao Impacto (J/m).....	40
Figura 8 Efeito do Reforço na Resistência ao Impacto.....	41
Figura 9 Avaliação da Elasticidade (MPa).....	46
Figura 10 Efeito do Reforço na Elasticidade.....	47
Figura 11 Avaliação da Flexão (MPa).....	49
Figura 12 Efeito do Reforço na Flexão.....	50
Figura 13 Imagens das fraturas de um corpo-de-prova sem reforço.....	57
Figura 14 Imagens das fraturas de um corpo-de-prova P246 5% de reforço.....	58
Figura 15 Imagens das fraturas de um corpo-de-prova P246 8% de reforço.....	59
Figura 16 Imagens das fraturas de um corpo-de-prova FSR 5% de reforço.....	60
Figura 17 Imagens das fraturas de um corpo-de-prova FSR 8% de reforço.....	61
Figura 18 Imagens das fraturas de um corpo-de-prova 688 5% de reforço.....	62
Figura 19 Imagens das fraturas de um corpo-de-prova 688 8% de reforço.....	63
Figura 20 Imagens das fraturas de um corpo-de-prova M14P 5% de reforço.....	64
Figura 21 Imagens das fraturas de um corpo-de-prova M14P 8% de reforço.....	65

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Reatividade do silano frente a diferentes substratos.....	21
Tabela 2	Resultado do teste de Tukey para a Avaliação da Resistência do Impacto (J/m).....	38
Tabela 3	Médias e desvios-padrão da energia de Impacto absorvida.....	39
Tabela 4	Teste de Tukey para a Avaliação do Módulo de Elasticidade.....	45
Tabela 5	Médias e desvios-padrão do Módulo de Elasticidade (MPa).....	45
Tabela 6	Resultados do teste de Tukey para a Avaliação da Resistência à Flexão.....	48
Tabela 7	Médias e desvios-padrão da Resistência à Flexão (MPa).....	49
Tabela 8	Médias e desvios-padrão da Dureza Shore-D Esquerda (kgf).....	52
Tabela 9	Médias e desvios-padrão da Dureza Shore-D Central (kgf).....	53
Tabela 10	Médias e desvios-padrão da Dureza Shore-D Direita (kgf).....	54

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

3MPS	- $\gamma$ -3metacriloxipropilxisilano
A.D.A.	- American Dental Association
Bis-GMA	- Bisfenol-glicidil metacrilato
LCTE	- Coeficiente de expansão térmica linear
MPTMS	- $\gamma$ -3metacriloxipropiltrimetoxisilano
PMMA	- Polimetilmetacrilato
$\alpha$	- Alfa (nível de significância)
M14P	- Sigla de um reforço fornecido pela Saint Gobain
P246	- Sigla de um reforço fornecido pela Saint Gobain
FSR	- Fibra sem referência
TEGDMA	- Trietilenoglicol dimetacrilato

## SUMÁRIO

1 – INTRODUÇÃO	1
2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 – Biomateriais	3
2.2 – Materiais Odontológicos	4
2.3 – Polimetilmetacrilato (PMMA)	5
2.4 – Energia de Microondas	6
2.5 - Fibra de Vidro	13
2.6 - Aplicação da fibra de vidro na prótese dentária	17
2.6.1 - Silanização das fibras de vidro	17
2.6.2 - Impregnação	22
2.6.3 - Considerações Clínicas e Laboratoriais	24
3 – OBJETIVOS	29
4 – MATERIAIS E MÉTODOS	30
4.1 – Delineamento Experimental	30
4.2 – Preparação dos corpos de prova	31
4.2.1 - Preparação dos corpos de prova para o Teste de Impacto	32
4.2.2 – Preparação dos corpos de prova para a Flexão e Elasticidade	34
4.3 – Ensaio Mecânicos e Morfológicos	35
4.3.1 – Resistência ao Impacto	35
4.3.2 - Dureza	35
4.3.3 – Resistência à Flexão e Módulo de Elasticidade	36
4.3.4 – Morfologia da Fratura	36
5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO	38
5.1 – Análise Descritiva	38
5.2 – Resistência ao Impacto	38
5.3 - Resistência à Flexão	44
5.4 - Avaliação do Módulo de Elasticidade	48
5.5 - Avaliação da Dureza	52
5.6 - Análise Morfológica da Fratura	56
6 – CONCLUSÕES	66



## 1 – INTRODUÇÃO

Dados de 2002 mostram que existiam no mundo cerca de 646 milhões de pessoas com mais de 60 anos de idade. Esta população idosa é a que mais cresce em termos proporcionais, como resultado da redução da taxa de natalidade e do aumento da expectativa de vida. Segundo as projeções estatísticas da Organização Mundial de Saúde, entre 1950 e 2025, a população brasileira de idosos crescerá 16 vezes contra 5 vezes o crescimento da população total, o que colocará o Brasil em termos absolutos como a sexta maior população de idosos do mundo, ou seja, com mais de 32 milhões de pessoas em 2025. Esta mudança na pirâmide populacional está começando a acarretar uma série de conseqüências sociais, culturais e epidemiológicas para as quais devemos estar preparados. Uma delas é a alta demanda por serviços de saúde (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 2002).

Entre os materiais odontológicos restauradores atualmente disponíveis, a resina acrílica à base de polimetilmetacrilato (PMMA) é o material mais empregado para confecção de bases protéticas. Além desta aplicação, o polímero também pode ser usado na confecção de dentes artificiais, moldeiras individuais, aparelhos ortodônticos móveis, restaurações protéticas provisórias fixas e removíveis e placas interoclusais (ANUSAVICE, 1998; CRAIG, POWERS, 2004).

Apesar de seu uso ter se popularizado, pela combinação de propriedades favoráveis como facilidade de manipulação, aplicabilidade clínica e estética satisfatória, o PMMA apresenta limitações em termos de resistência mecânica, caracterizada por baixa resistência ao impacto e fadiga por flexão (CRAIG, POWERS, 2004; JAGGER et al., 2001). Geralmente, as fraturas neste material são causadas por quedas acidentais e por fadiga, proveniente de deformações cíclicas da base protética durante a função mastigatória. (GUTTERIDGE, 1998; MANLEY et al. 1979). Outros fatores responsáveis são intensificação das tensões, aumento da intensidade da reabsorção óssea levando à falta de suporte da base, inserção alta do freio labial, alterações no contorno da base e tensões induzidas no material durante processamento (JOHNSTON et al., 1981).

Um estudo de Johnston et al. (1981) mostrou que 68% das próteses convencionais em resina acrílica fraturavam em poucos anos de uso. Nas próteses

superiores as fraturas são causadas pela combinação de fadiga por flexão e impacto e nas inferiores, 80% das fraturas ocorrem por impacto (LAMBRECHT, KYDD, 1962; HARGREAVES, 1969).

Significativos índices de fraturas são relatados em estudos clínicos de acompanhamento de próteses forradas com materiais resilientes, devido à redução da espessura da resina acrílica da base (MAKILA, HONKA, 1979). Este problema também é verificado em acompanhamentos de pacientes portadores de próteses implanto-suportadas; Duncan et al. (2003) descreveram que em 36 meses de acompanhamento de 19 pacientes edêntulos e reabilitados com prótese total convencional superior, e prótese implanto-suportada inferior, 13 deles tiveram complicações que envolviam fratura de dentes, fratura da prótese convencional e perda do parafuso oclusal do implante, complicações resultantes do aumento da força de mordida.

Nos últimos anos, várias tentativas foram realizadas para aumentar a resistência das resinas acrílicas à base de PMMA, por meio da incorporação de reforços de fibras de vidro (JACOB, J., SHIVAPUTRAPPA, A. G., ILA, S., 2001).

Deste modo, baseado na crescente demanda da população por tratamento protético, nas limitações relacionadas às propriedades mecânicas do PMMA e na sua ampla aplicabilidade dentro da odontologia, torna-se necessário a realização de pesquisas para desenvolvimento de materiais mais resistentes e que apresentem maior durabilidade (JAGGER et al., 2003).

Considerando as justificativas acima, a motivação deste estudo foi o desenvolvimento de um compósito que apresente melhores propriedades mecânicas em relação aos materiais atualmente disponíveis.



## **2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 – BIOMATERIAIS**

O termo biomaterial compreende qualquer substância ou combinação de substâncias, de origem natural ou sintética, idealizada para ser implantada ou incorporada por qualquer período de tempo, com a finalidade de substituir matéria viva que deixou de ter a sua função, podendo ou não servir como veículo, matriz, suporte ou estimulador para o crescimento de novo tecido (WILLIAM, 1987).

A utilização de biomateriais para o reparo de tecidos vivos tem aumentado consideravelmente nas últimas três décadas, graças ao desenvolvimento de novos materiais e a uma melhor compreensão dos mecanismos envolvendo sua interação com os organismos vivos (WILLIAM, 1987). Nas últimas décadas tem-se pretendido produzir materiais não disponíveis para fins biomédicos, os quais sejam compatíveis, funcionais e duráveis, quando interagidos com sistemas biológicos (WILLIAM, 1987; PARK, 1984).

Segundo Silver e Doillon (1989) os biomateriais são classificados em:

- sintéticos: cerâmicas, metais, polímeros sintéticos;
- naturais: colágeno, seda, queratina, polissacarídeos e tecidos naturais;
- compósitos: compostos por mais de um tipo de material.

A aplicação dos biomateriais ocorre nos mais diversos campos da medicina, como por exemplo: próteses em ortopedia ou cirurgia cardiovasculares, órgãos artificiais, materiais para reparação de tecidos e sistemas de liberação de fármacos (FOLKMAN, 1990).

Algumas características são fundamentais para se utilizar materiais em organismos vivos (SILVER, DOILLON, 1989):

- ser biocompatível, isto é, não induzir respostas imunológicas;
- não ser tóxico nem carcinogênico;
- ser quimicamente estável;
- ter estabilidade mecânica adequada;
- ter massa, densidade e forma adequados;
- ser relativamente barato, reproduzível e de fácil fabricação;

- ser biofuncional, ou seja, desempenhar a função para qual foi projetado com o máximo de eficiência.

Entre essas características, a biocompatibilidade é a mais importante, pois a biofuncionalidade do material só poderá se manifestar caso haja biocompatibilidade.

Quando um material estranho entra em contato com os fluídos biológicos, respostas de proteção são desencadeadas e se manifestam como processos inflamatórios ou imunológicos, visando a eliminação do corpo estranho. Portanto, o bom desempenho de um biomaterial pós-implante está associado a um equilíbrio entre biocompatibilidade e biofuncionalidade (WILLIAM, 1987; SILVER, DOILLON, 1989).

Segundo Hench e Doillon (1993) biocompatibilidade não é apenas a ausência de rejeição, mas envolve a interação entre o implante e o tecido adjacente. Portanto, podem-se distinguir termos como bioinércia, quando ocorre a formação de uma cápsula fibrosa não aderente ao redor do implante e bioatividade, quando o material interage com os tecidos adjacentes de forma semelhante à parte natural que eles substituem.

## **2.2 – MATERIAIS ODONTOLÓGICOS**

Significativos índices de fraturas são relatados em estudos clínicos de acompanhamento de próteses forradas com materiais resilientes, devido à redução da espessura da resina acrílica da base. Este problema também é verificado em acompanhamentos de pacientes portadores de próteses implanto-suportadas. Pesquisadores descreveram que em 36 meses de acompanhamento de 19 pacientes edêntulos e reabilitados com prótese total convencional superior e prótese implanto-suportada inferior, 13 deles tiveram complicações que envolviam fratura de dentes, fratura da prótese convencional e perda do parafuso oclusal do implante, complicações resultantes do aumento da força de mordida (MAKILA et al.,1990; DAVIS et al., 2003; DUNCAN et al., 2003)

Apesar de poucos dados estatísticos estarem disponíveis, foi divulgado que na Inglaterra, desde que o “National Health Service” foi implantado, em 1948 até 1990, foram realizados 34,9 milhões de reparos em próteses e que o “Dental Practice Board” reparava anualmente cerca de 0,8 milhões de próteses, sem levar em conta os reparos realizados em hospitais e clínicas privadas. Para determinar o tipo de reparo, os autores

distribuíram questionários em laboratórios protéticos, verificando que 33% dos reparos ocorriam devido ao descolamento de dentes e 29% devido às fraturas da resina da base (DARBAR et al., 1991).

Deste modo, baseado na crescente demanda da população por tratamento protético, nas limitações relacionadas às propriedades mecânicas do PMMA e na sua ampla aplicabilidade dentro da odontologia torna-se necessário a realização de pesquisas para desenvolvimento de materiais mais resistentes e que apresentem maior durabilidade.

Com base nas buscas realizadas, verificou-se que apesar dos estudos para desenvolvimento de um PMMA reforçado terem se intensificado nos últimos anos, existe somente um produto à base de PMMA modificado disponível comercialmente nos EUA e Europa. No mercado brasileiro, são apenas encontradas as resinas convencionais (JAGGER et al., 2003).

### **2.3 – POLIMETILMETACRILATO (PMMA)**

O polimetilmetacrilato (PMMA) foi descoberto na Alemanha, em 1902, pelo químico Otto Rohn, tendo sido patenteado em 1928.

A utilização dos monômeros acrílicos em laboratório começou em 1843, quando da primeira síntese de ácido acrílico. A isso se seguiu em 1865 a preparação do etilmetacrilato, por Frankland e Duppa, enquanto em 1877, Fittig e Paul notaram que ele possuía certa tendência para a polimerização. Por volta de 1900, a maioria dos acrílicos mais comuns haviam sido preparados em laboratório e ao mesmo tempo já existiam alguns trabalhos sobre a sua polimerização. Em 1902, o Dr. Rohn, na Alemanha, começou um trabalho sistemático no campo dos acrílicos e mais tarde tomou parte ativa no desenvolvimento industrial do éster acrílico naquele país. Foi vendido como uma solução do polímero em solvente orgânico e foi usada principalmente em lacas e formulações para revestimentos superficiais. Mais tarde Rowland Hill estudou o metacrilato e sua polimerização, enquanto que Crawford desenvolveu um método econômico para a fabricação de monômeros (BRISTON, MILES, 1975).

No ano de 1937, o polimetilmetacrilato (PMMA), foi introduzido na odontologia. O uso deste material sintético deu início a uma nova era de biomateriais, abrindo o leque de alternativas de tratamento. O termo biomateriais foi utilizado, de fato, pela primeira vez somente na década de 60 e no fim desta aconteceu o primeiro simpósio de biomateriais (RATNER, 1996).

## **2. 4 – ENERGIA POR MICROONDAS**

As microondas são geradas por um magnetron de 2450 megahertz, em forma de ondas eletromagnéticas com comprimento de 12cm. Essa energia é gerada por um oscilador magnético e quando irradia um objeto, é absorvida e transformada instantaneamente em calor. Esta condição energética propicia que as moléculas de metil metacrilato orientem-se no campo eletromagnético, alterando a sua direção aproximadamente 5 milhões de vezes por segundo, gerando inúmeras colisões intermoleculares que causam aquecimento rápido. Se o calor exigido para quebrar as moléculas de peróxido de benzoíla (ativador) em radicais livres pode ser gerado no interior da resina, a temperatura externa da mufla pode ser mantida baixa e o calor gerado pelo desencadeamento da polimerização pode ser disperso mais eficientemente. Deste modo, a polimerização pode ser mais rápida minimizando-se riscos inerentes do próprio processamento das resinas como, por exemplo, a porosidade, pois se elimina a transferência de calor por diversas estruturas (mufla, revestimento, modelo), até que chegue à resina (NISHI, 1968).

Em 1968, Nishi publicou o primeiro estudo sobre a viabilidade da utilização de energia de microondas para polimerização de resinas acrílicas. O objetivo do referido estudo foi delinear um método capaz de diminuir o tempo de polimerização das resinas acrílicas, prevenindo a formação de porosidade interna, principal evento que repercute na alteração das demais características físico-químicas e mecânicas deste material. Para tanto, amostras de resina acrílica termopolimerizável com dimensões de 65,0x13,0x9,0mm, foram incluídas em diferentes formatos de muflas metálicas perfuradas, e, polimerizadas em forno de microondas de baixa potência por 09, 10, 11 e 12 minutos de irradiação, na presença de um recipiente com água para evitar o superaquecimento do interior do forno. Realizado o experimento, foram avaliadas as

seguintes propriedades físicas: porosidade, sorção de água, dureza brinell, resistência à tração, resistência transversa e deflexão transversa, repetição de resistência transversa com o método de Kato-1968, resistência à retenção dos dentes artificiais e adaptação da base das próteses.

O autor observou que com a redução da energia de alta frequência, e, conseqüentemente da potência, era possível obter uma resina livre de porosidade e com propriedades físicas tão satisfatórias quanto às resinas polimerizadas em banho de água quente, desde que a irradiação fosse de 11 minutos.

Kimura et al. (1983) analisaram a formação da massa de resina (7g, 15g, e 21g), o tempo de polimerização mais adequado (5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, e 40 minutos) para que se atingisse a fase plástica e a polimerização completa. A adaptação de bases de prótese, a alteração de cor e formação de fendas em próteses totais e a fratura dos dentes artificiais em resina e porcelana foram avaliadas através dos seguintes métodos: (1) banho de água quente com elevação de temperatura para 100°C em 60 minutos e permanecendo nesta por mais 30 minutos e (2) energia de microondas por 3 minutos. Como as muflas convencionais não poderiam ser levadas às microondas, os moldes foram então prensados em mufla, posteriormente removidos e colocados em tubos de borracha para a irradiação. A deformação do gesso pedra também foi avaliada em amostras de 30 x 50mm irradiadas por energia de microondas durante 5 a 20 minutos, através da medida do diâmetro e da altura das mesmas após refrigeração em temperatura ambiente. Por fim, para os ensaios de porosidade, os autores confeccionaram amostras de 20,0x20,0x5,0mm polimerizadas por 2, 3, 5, 10 e 15 minutos em forno de microondas e posteriormente resfriadas em bancada. Após análise visual, as amostras que apresentaram menor porosidade foram as polimerizadas por 3 minutos. Com amostras de 20,0x20,0x10,0mm de espessura testou-se a variação do tipo de esfriamento, a 0°C (gelo), 15°C (água corrente) e 20°C (em bancada), onde a porosidade diminuiu à medida que a temperatura foi aumentada. Amostras com espessuras de 1,5 e 3,0mm também foram irradiadas por 3 minutos. Os resultados indicaram que embora a mistura monômero-polímero geralmente atinja a fase plástica em 15 - 20 minutos à temperatura ambiente, este tempo pode ser diminuído com o uso da energia de microondas e a mistura se torna mais homogênea.

Quanto maior o peso da mistura monômero-polímero, maior será o tempo necessário para atingir a fase plástica. A adaptação da base de prótese processada por energia de microondas foi superior à obtida pelo banho de água. A alteração de cor ou fendas entre dentes artificiais e bases foi raramente observada em ambas às próteses. A deformação do gesso pedra foi raramente observada. Os ensaios de porosidade puderam correlacionar o tempo de polimerização, a espessura da amostra e o esfriamento posterior, direcionando para a polimerização por 3 minutos, em amostras com até 3,0 mm de espessura e esfriamento das muflas em bancada, porém não indicaram um cálculo específico para quantificar a porosidade; sua identificação foi apenas visual e comparativa.

De acordo com De Clerck (1987) alguns aspectos na utilização das microondas para a polimerização de resinas acrílicas foram estudados pelo autor que fez considerações a respeito da ação das microondas sobre o polimetilmetacrilato (PMMA) e concluiu que as microondas geram calor diretamente na resina economizando o tempo que levaria para o calor se dissipar da água quente através das várias estruturas, como da mufla para o gesso e modelo e depois para a resina no centro da mufla. Foram realizados ensaios físicos como resistência ao impacto, químicos como índice de liberação de monômero residual em ciclos de tempo e temperatura diferentes bem como, testes de alteração dimensional para avaliar propriedades da resina polimerizada por energia de microondas. O autor concluiu que esse processo economiza tempo e custos de produção das próteses e que a resina polimerizada em microondas tem os menores níveis de monômero residual e propriedades físicas semelhantes ao método convencional de polimerização em banho de água aquecida, além de favorecer a diminuição do número de poros das resinas, uma vez que o calor da reação de polimerização pode ser dissipado com maior eficiência, pois o material de revestimento encontra-se em uma temperatura mais baixa.

Levin et al. (1989) realizaram um estudo bibliográfico sobre a utilização da energia de microondas para polimerização de resinas acrílicas, ressaltando que as propriedades físicas daquelas especialmente formuladas para polimerização por esse método podem ser exageradas, existindo a necessidade de desenvolvimento de materiais e métodos de processamento adequados. As vantagens em se utilizar esse

método são: menor tempo polimerização, facilidade de manipulação e limpeza. Naquela época, os autores relacionaram as desvantagens deste método à mufla reforçada com fibra de vidro consideradas então de custo elevado e frágeis, podendo se fraturar após o processamento de várias próteses.

Em 1989, Takamata et al. realizaram revisão de literatura sobre os vários métodos de processamento de bases de próteses com ênfase na precisão dimensional das resinas polimerizadas pelos métodos: convencional, químico, energia de microondas e luz visível. Foi observado que a tensão induzida durante o processamento das resinas termopolimerizáveis pode levar a distorção das bases e que o processamento por ativação química, luz visível e energia de microondas constituem-se em alternativas com a intenção de melhorar a precisão dimensional das próteses. Foi concluído que a energia de microondas é uma técnica alternativa viável para processamento de próteses removíveis quando se prima por alta precisão dimensional.

Esses resultados vão ao encontro dos observados por Takamata et al. (1989) avaliaram a resistência transversal, a dureza e a porosidade de duas resinas para microondas e uma convencional, variando a potência, o tempo do ciclo, a espessura das amostras e a marca da resina acrílica, concluindo que a resina própria para microondas não apresentou porosidade, independente da espessura, potência ou tempo de duração do ciclo.

Da mesma forma, Levin et al. (1989) utilizando resinas acrílicas polimerizadas por microondas, avaliaram as propriedades dureza, porosidade e resistência transversa. Dez corpos-de-prova de cinco resinas foram polimerizados pelo método de banho de água e energia de microondas. Os resultados mostraram que não houve diferença estatística entre os métodos de polimerização. Segundo os autores, a resina polimerizada por energia de microondas apresenta como vantagens o tempo de processamento, facilidade e limpeza de manuseio.

Hogan e Mori (1990) desenvolveram um método de registro contínuo da temperatura durante a irradiação de energia de microondas no processo de polimerização. A temperatura foi mensurada pelo aquecimento de 50ml de água à potência de 50 e 500W em um período de 1,5 a 15 minutos através de dois métodos: (1) termômetro de mercúrio (observação visual) e (2) por meio de um par termelétrico

adaptado ao forno. Através da observação visual os autores anotaram o tempo necessário para que a água entrasse em ebulição. A temperatura da resina termopolimerizável convencional e do gesso durante o processo de inclusão foram mensuradas com o par termelétrico em amostras com dimensões 40 x 25 x 10mm durante a polimerização a 500W. Com o ciclo de 500W a água atingiu a temperatura de ebulição em 1 minuto e este tempo coincidiu com a observação visual da ebulição.

Contrariamente, com o ciclo de 50W a água atingiu a temperatura de ebulição em 6 minutos pela demarcação do tempo do par termelétrico não coincidindo com a observação visual que foi de 10 minutos. Deste modo, concluíram os referidos autores que a observação visual (medida por termômetro) pode subestimar a temperatura real atingida durante a irradiação e, além disso, durante a polimerização a resina apresentou picos e depressões da temperatura, o que não foram evidenciadas no gesso, e o calor gerado na massa de resina é dissipado lentamente uma vez que o gesso é um bom isolante térmico. Foi ressaltado então, que é de essencial importância a presença de água livre no gesso durante a irradiação.

Sanders et al. (1991) estudaram a porosidade utilizando três técnicas de polimerização e esfriamento; banho de água a 74°C por 9 horas e esfriamento brusco por 20 minutos em água corrente; irradiação em microondas com potência de 90W por 6,5 minutos em cada lado, deixado em bancada por 15 minutos e esfriado por 45 minutos em água corrente; e polimerização em microondas com potência de 90W por 6,5 minutos em cada lado e esfriado em bancada por 2,5 horas. Os resultados mostraram que não houve diferença no nível de porosidade entre as amostras e que as resinas especialmente formuladas para microondas exibiram menor nível de porosidade que às demais, fato que pode ser atribuído à sua composição, que apresenta na sua fórmula monômero de metil e etilmetacrilato.

Polyzois et al. (2001) realizaram um estudo para avaliar a resistência dos reparos em base de próteses em razão de diferentes resinas, processamentos e acréscimo de reforço (fios de reforço ou fibra de vidro). Para tanto investigaram a força de fratura, deflexão a fratura e resistência a fratura de uma resina para base de próteses termopolimerizada (Resina Meliodent – polimerização em banho de água quente a 75°C por 12 horas) reparada com: (1) resina termopolimerizada, (2) resina autopolimerizável



ou (3) resina autopolimerizável com fibra de vidro ou reforçada com fio. Oito grupos constituídos de 12 espécimes de dimensões 2,5x10x65mm foram avaliados: 6 com resinas autopolimerizáveis para reparo, 1 com resina termopolimerizável para reparo e um grupo controle com espécimes intactos. Os 6 grupos de resina autopolimerizável foram reparados da seguinte maneira: (1) 1 grupo sem reforço; (2) 1 grupo tratado com irradiação de microondas durante 3 minutos a 600W após a polimerização; (3) 2 grupos com uma ou múltiplas camadas de reforço de fibra de vidro; (4) 2 grupos com fio de reforço, arredondado liso ou trançado. Os espécimes foram cortados ao meio, e a uma distância de 3mm, um intervalo entre os fragmentos de uma mesma amostra (para ambos os grupos, com e sem reforço) foi criado para se ensejar posterior reparo segundo a descrição dos grupos experimentais.

Além disso, antes de se confeccionar o reparo, foi criado um canal no centro dos espécimes para abrigar o reforço com as dimensões de 3,5mmx65mm somente para os grupos que receberiam reforço. O total de 96 espécimes confeccionados foram imersos em água a 37°C por 28 dias antes de serem submetidos aos cortes e ao teste de flexão em três pontos, ora utilizado para determinar as propriedades estudadas. Os resultados demonstraram que os valores de força de fratura (28,4 para 73,4N), a deflexão (1,6 para 3,8mm) e a resistência (0,02 para 0,13J) para todos os grupos reparados foram significativamente mais baixos do que aqueles para o grupo controle (82,79N, 4,4mm, 0,16J respectivamente) com uma exceção: o valor da força de fratura dos espécimes reforçados com fio arredondado liso (102,9N). Modos de falha foram sempre adesivos, justificando a fratura ocorrida entre a base de prótese e o reparo em resina. Deste modo concluíram os autores que entre os tratamentos testados, o mais efetivo foi a radiação por microondas, a resina autopolimerizável com reforço com fio arredondado liso ou uma camada de fibra de vidro.

Del Bel Cury et al. (2001) avaliaram a influência de dois materiais para inclusão, gesso pedra tipo III e silicone para inclusão sobre duas resinas acrílicas específicas para polimerização em microondas, Acron MC e OndaCryl, polimerizadas segundo as instruções dos fabricantes. Para a caracterização do efeito dos referidos materiais de inclusão sobre o comportamento físico-químico-mecânico destas resinas utilizou-se das seguintes variáveis: (1) dureza Knoop mensurada nos tempos 24, 48, 72 horas e 30

dias; (2) resistência transversal e (3) liberação de monômero em água em períodos de 24 horas durante 168 horas e posteriormente a cada 48 horas totalizando 288 horas de análises. Com este objetivo, foram confeccionados 144 espécimes, divididos em quatro grupos cada um contendo 12 espécimes para cada análise. A Resistência Transversa foi avaliada segundo a especificação nº 12 da A.D.A. A partir dos resultados obtidos pôde ser verificado que ambos os grupos de resina acrílica processados através da inclusão por silicone apresentaram os maiores valores para liberação de monômero residual apenas para os períodos de 24h, 48h e 72h; e de dureza Knoop no período de 24 horas. Diferenças significantes só foram verificadas no tempo de 48 horas, apenas para os grupos de resina acrílica. Onda Cryl processadas pelas duas técnicas de inclusão. Nos demais períodos de armazenamento em água, não houve diferenças estatísticas para dureza Knoop entre os grupos estudados. Os valores de resistência transversa para ambas as resinas acrílicas não foram afetados pelos respectivos materiais de inclusão. A técnica de inclusão pelo molde de silicone afetou a liberação de monômero residual das resinas acrílicas nos 05 primeiros dias de análise, e a dureza Knoop da resina Onda Cryl nos 2 primeiros dias. Assim sendo, os referidos autores concluíram que a utilização de silicone de inclusão possibilitou polimerização adequada das resinas estudadas.

Em 2002, Rueggeberg publicou uma revisão de literatura sobre o desenvolvimento dos materiais restauradores odontológicos baseados em resina. Preconiza o referido autor que com o entendimento da evolução destes materiais, os clínicos podem melhor apreciar ambas as características, complexidade e similaridade, entre a ampla variedade de resinas e técnicas de polimerização disponíveis na atualidade. Problemas comuns associados ao uso dos sistemas monoméricos são abordados e discutidos do ponto de vista da expansão da aplicabilidade dos polímeros, como a presença de cadeias poliméricas longas e curtas, a contração de polimerização, reação exotérmica, inibição de reação pela presença de oxigênio, biocompatibilidade, bem como, a técnica de processamento e ativação dos mesmos. Além disso, elucida de forma breve e resumida os avanços nos sistemas de resinas correntes para a reabilitação oral integrada.

## 2. 5 – FIBRA DE VIDRO

A fibra de vidro é composta de sílica em sua maior parte e outros óxidos, Figura 1, sendo designadas por códigos de acordo com a composição.

Componente, %	Tipo						
	A	C	D	E	E-CR	R	S & S2
SiO <sub>2</sub>	72	65	74	52-56	58-63	60	65
CaO	10	14	0.5	16-25	21-23	9	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,6	4	0,3	12-16	10-13	25	25
MgO	2,5	3	-	0-5	2-4	6	10
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	6	22	5-10	-	-	-
TiO <sub>2</sub>	-	-	-	0-1,5	1,0-2,5	-	-
Na <sub>2</sub> O	14,2	8	1,0	0-2	0-1,2	-	-
K <sub>2</sub> O	-	-	1,5	0-2	0-1,2	-	-
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	0.2	Tr	0-0,8	0-0,4	-	-
ZnO	-	-	0-0,5	-	0-3,5	-	-
SO <sub>3</sub>	0,7	0,1	-	-	-	-	-
F <sub>2</sub>	-	-	-	0-1,0	-	-	-

Figura 1. Composição Química de Alguns Tipos de Fibra de Vidro.

Fonte: KATZ e MILEWSKI, 1987.

Desde 1930, a fibra de vidro tem sido considerada um dos materiais do futuro, principalmente associado às suas propriedades dielétricas. Por exemplo, a primeira aplicação industrial em larga escala foi como isolamento de condutores elétricos sujeitos a temperaturas altas e que era obtido com uso de filamento de vidro do tipo “E” (Figura 1), sendo usado sozinho ou em associação com verniz ou resinas sintéticas. As fibras de vidro do tipo “E” são mais comumente usadas na indústria têxtil e de produção de compósitos onde respondem com até 90% da resistência mecânica obtida. Esta fibra possui alto conteúdo de alumina e baixo teor de álcalis e de borosilicato e são tidas como superiores na resistência de esforço flexural.

As fibras de vidro do tipo “R” (Figura 1) apresentam alto desempenho mecânico. Este tipo de filamento foi criado a pedido dos setores da aviação espacial e de armamentos. Elas satisfazem às exigências destas áreas de tecnologia em termos de comportamento frente aos esforços de fadiga, de variação térmica e exposição à umidade. Devido ao seu alto desempenho técnico, elas podem ser usadas para construção das lâminas de rotor de helicóptero, dos assoalhos de aviões, dos tanques de combustível de foguetes, dos corpos de projéteis e dos corpos de lançadores de projétil. Elas também podem ser usadas como reforço em outras aplicações; por exemplo, na indústria de esportes e lazer, de transporte e de blindagem balística.

As fibras de vidro do tipo “D” apresentam características dielétricas diferenciadas (Figura 1). Os produtos à base de vidro “D” têm perdas elétricas muito baixas e são usados como material permeável a ondas eletromagnéticas, o que pode ser muito importante em termos de características elétricas.

As fibras de vidro do tipo “D” são usadas na fabricação de radomes, de janelas eletromagnéticas, e de superfícies de circuitos impressos de alto desempenho. Os filamentos de vidro do tipo “AR” (resistente a álcali) foram desenvolvidos especialmente para reforçar cimento (Figura 1). Seu alto conteúdo de óxido de zircônio oferece resistência excelente para os compostos alcalinos gerados durante a reação de pega deste aglomerante. Reforços de cimento com filamento de vidro “AR” resultam em módulos melhorados de ruptura com boa durabilidade. Isto significa que modelagem feita em GRC (cimento com reforço de vidro) pode ser muito mais leve para o mesmo volume. As aplicações principais destas fibras são como substitutas das fibras de amianto em telhados e coberturas, reforço de painéis de revestimento e de componentes de construção.

O vidro tipo “C” (Figura 1) é usado na produção de mantas de fibra de vidro para as quais são requeridas propriedades de resistência à corrosão (como envoltório externo anticorrosivo de tubulações, superfície de tubos compostos). Existem outros tipos de fibra de vidro, mas menos usados do que os anteriores (JOHN et al., 2001; VETROTEX, 2005).

O reforço com fibra tem sido usado há mais de 25 anos na indústria aeroespacial e nos setores da indústria onde a exigência é principalmente pouco peso, elevada resistência à tração e propriedades anticorrosivas (DEGUSSA, 2006).

A fibra de vidro geralmente tem a finalidade de aumentar a propriedade de resistência mecânica dos plásticos que, reforçados, se prestam a muitas finalidades, como por exemplo, produção de piscinas, carros, pranchas de surf, trens, aviões, que seriam impossíveis sem a presença da mesma. A fibra de vidro é submetida à transformações que resultam nas diferentes formas de apresentação sob as quais é comercializada: enrolada em bobinas; cortada (fio cortado com cerca de 3mm de comprimento); como tecido; picotada e espalhada sob uma manta de ligante (SAINT-GOBAIN, 2006).

Algumas características das fibras de vidro podem ser assim relacionadas.

**Resistência mecânica:** O filamento de vidro tem a resistência específica (resistência à tração/massa volumétrica) mais alta que a do aço. Esta característica é o ponto de partida da sua aplicação para o desenvolvimento de produtos com alto desempenho para resistir a esforços mecânicos.

**Características elétricas:** Suas propriedades como isolante elétrico são excelentes, até mesmo em espessuras pequenas. Esta propriedade combinada com sua resistência mecânica e bom comportamento frente a diferentes temperaturas formaram a base das primeiras aplicações para o filamento de vidro.

**Estabilidade dimensional:** O filamento de vidro é pouco sensível às variações de temperatura, à ação da umidade e tem um baixo coeficiente de expansão linear.

**Incombustibilidade:** Como um material inorgânico, a fibra de vidro é naturalmente incombustível. Assim não propaga e não mantém a chama. Quando exposta ao calor, não emite fumaça e nem produtos tóxicos.

**Compatibilidade:** A possibilidade da fibra de vidro em aceitar matrizes orgânicas de diferentes tamanhos cria uma íntima inter-relação entre o vidro e a matriz, possibilitando que seja combinada com muitas resinas sintéticas, como também, com certas matrizes minerais (gesso, cimento) formando os compósitos.

**Baixa condutividade térmica:** Esta característica é altamente desejável na indústria de construção civil. O uso da fibra de vidro torna possível reduzir as trocas térmicas, possibilitando economia de calor.

**Alta resistência a agentes químicos:** Resiste bem a ácidos e agentes oxidantes ou redutores e quando combinada com resinas apropriadas, pode ser usada em uma ampla gama de produtos.

**Não deterioração:** O Filamento de vidro não deteriora e não é atacado por microorganismos (VETROTEX, 2005).

A incorporação de cargas, de uso odontológico, normalmente ocorre em matrizes poliméricas, formando o que denominamos compósitos. Um compósito consiste em um material multifásico feito artificialmente. As fases constituintes devem ser quimicamente diferentes e devem estar separadas por uma interface distinta, e projetado para mostrar uma combinação das melhores características de cada um dos materiais que o compõe. Em se tratando das fibras a associação acontece em virtude de sua resistência e/ou rigidez somar-se à flexibilidade do polímero (CALLISTER JR, 2002).

A fase matriz do compósito reforçado por fibras é responsável por ligar as fibras entre si atuando como meio através do qual uma tensão aplicada externamente é transmitida e distribuída para as fibras sendo que apenas uma proporção muito pequena da carga aplicada é suportada pela matriz, assim, o material da matriz deve ser dúctil e apresentar módulo de elasticidade menor que o da fibra. A matriz também protege a superfície das fibras e por envolvê-las funcionam como barreira contra a propagação de trincas (CALLISTER JR, 2002).

As fibras podem ser classificadas quando ao seu comprimento em dois grupos: fibras contínuas e fibras curtas. Certo comprimento crítico de fibra é necessário para que exista um efetivo aumento da resistência e um enrijecimento do compósito. Alguns fatores influenciarão na seleção deste comprimento como o diâmetro da fibra, sua resistência final bem como a força de ligação entre a fibra e a matriz. À medida que o comprimento da fibra aumenta, o reforço causado pela fibra se torna mais efetivo (CALLISTER JR, 2002).

Além do comprimento, a orientação das fibras em relação umas às outras, sua concentração e sua distribuição tem influência significativa sobre a resistência e sobre

outras propriedades dos compósitos reforçados. Normalmente as fibras contínuas estão alinhadas enquanto as fibras curtas encontram-se alinhadas, parcialmente ou aleatoriamente orientadas sendo que a melhor conformação é obtida quando a distribuição das fibras é uniforme (CALLISTER JR, 2002).

Segundo Callister Jr (2002) os compósitos fibrosos alinhados aleatoriamente, no sentido de que a resistência e o reforço máximos são obtidos ao longo da direção do alinhamento ou longitudinal. Na direção transversal a fratura normalmente ocorre em níveis de tensões de tração relativamente baixos.

Assim pode ser destacado das propriedades observadas que as fibras de vidro podem ser aplicadas na cavidade oral para reforço mecânico de materiais odontológicos sem apresentar efeitos negativos, como: variação dimensional, degradação biológica ou química, efeito galvânico, corrosão e fácil alteração térmica.

## **2.6. APLICAÇÃO DA FIBRA DE VIDRO NA PRÓTESE DENTÁRIA**

O uso de partículas e de fibras de silício com polímero odontológico é possível. No entanto, um tratamento superficial deste material, também denominado de carga, é necessário para viabilizar a compatibilidade. O tratamento da carga com silano é um fator crítico para a união entre a matriz e a carga e, conseqüentemente, influencia a resistência final do compósito produzido. Por exemplo, a estabilidade hidrolítica do silano depende das condições de estocagem do mesmo, podendo reduzir em até 20% a resistência flexural do compósito (OTT, 1990).

### **2.6.1. SILANIZAÇÃO DAS FIBRAS DE VIDRO**

A fibra de vidro é obtida pelo aquecimento de barras de vidro que sofrem estiramento para produzir os fios. Imediatamente após a fase de estiragem e antes de se unirem para formar os fios de base, os filamentos são impregnados com uma solução aquosa de compostos (geralmente orgânicos). Este processo é chamado de encimagem e tem a função de proteger a superfície da fibra, bem como garantir a sua perfeita aderência ao material que ela vai reforçar. Existem diversos tipos de





e 50% de 3 $\mu$ m) em cada teste. Após a evaporação do solvente por sete dias, a carga modificada pelo silano foi aquecida a 120°C por duas horas. Uma resina composta experimental foi elaborada com 80% em peso de carga. Cinco espécimes de cada mistura de silano foram testados para cada condição: resistência tensional, absorção de água e modificação do ângulo de contato. A resistência tensional do compósito com carga tratada apenas com 3-MPS foi de aproximadamente de 50MPa após um dia imerso em água. A resistência tensional do compósito modificado com a mistura 1 (trifluoropropil + 3-MPS) e com a mistura 2 (nonafluorohexyl + 3-MPS) não tiveram redução significativa após 1800 dias imersos em água (38MPa e 54MPa) e após termociclagem (42MPa e 55MPa). A absorção de água pela matriz foi de 1,4 mg/cm<sup>2</sup> após um dia de imersão em água. Após 90 dias de imersão em água, não houve diferença significativa entre os espécimes de resina composta, sendo significativamente menor que a matriz. O ângulo de contato formado pelo monômero e a carga foi de 27°C para o 3-MPS, sendo maior do que os encontrados quando se fez na concentração de 20% em peso de silano hidrofóbico associado ao 3-MPS. Grupos alcóxi e silanol podem existir na camada organo-siloxano, interferindo com a união química entre a carga e a matriz. Os grupos silanol presentes na interface absorvem água, causando a expansão da resina por estresse interno entre a carga e a matriz resinosa. Como resultado, a resistência do compósito pode ser diminuída em função do período de imersão em água. Foi proposto que os silanos hidrofóbicos promoveriam um selamento superficial da carga e assim produziram uma resina composta mais durável. A camada siloxano tratada com a mistura de silano mostrou uma molhabilidade maior ao monômero quando comparada com o 3-MPS sozinho. Uma boa molhabilidade facilita a penetração do monômero resinoso até a camada de siloxano. Esta penetração promove ligações covalentes e também forma uma cadeia polimérica interpenetrante através do grupo siloxano. Na aplicação do silano 3MPS (3-metacriloxipropiltrimetoxisilano) associado ao álcool e a outros silanos hidrofóbicos, a fibra mostrou uma maior molhabilidade ao monômero quando comparado com a aplicação isolada de cada silano (NIHEI et al., 2002).

A teoria do molhamento sugere que uma boa união é encontrada quando a resina é capaz de molhar a superfície previamente silanizada. Este resultado foi

atribuído à diminuição da resistência interfacial na formação de multicamadas de silano sobre a fibra. Por outro lado, a imersão em água e álcool durante um mês diminuiu a resistência interfacial e a resistência flexural em todos os exemplares (DEBNATH et al., 2003).

O grau de polimerização do silano é determinado pela quantidade de água disponível e o constituinte orgânico. A água para a hidrólise pode ser adicionada, estar presente na superfície do substrato ou vir do meio ambiente. Se o silano é adicionado à água e este possui baixa solubilidade neste solvente, um alto grau de reação com a superfície é favorável. A espessura da camada de polisiloxano é também determinada pela concentração da solução de siloxano (GELEST, 2005).

A produção de uma monocamada de silano é a situação geralmente desejada (Figura 2), mas a adsorção de multicamada é comumente obtida por causa da solução usada. Por exemplo, uma solução de silano a 0,25%, deposita de 3 a 8 camadas moleculares do soluto. Por outro lado, a formação de ligações covalentes na superfície se faz com certa reversibilidade e, portanto, existe necessidade de se utilizar mais moléculas de silano do que para a estequiometria 1:1. Entre os fatores que influenciam a seleção de um silano estão a concentração de grupos hidroxil da superfície, o tipo dos grupos hidroxil da superfície; a estabilidade hidrolítica das uniões formadas as dimensões físicas e as características do substrato. Os trialcoxisilanos tendem a formar filmes poliméricos promovendo total cobertura do substrato e, portanto, maximizando a silanização. A adesão é maximizada quando o silano reage com o número máximo de sítios reativos presentes na superfície do substrato, podendo ocorrer uma tensão interfacial com características e propriedades mecânicas e químicas distintas dependendo do tratamento do substrato com silano. Os grupos hidroxilas variam largamente em concentração e tipo nos diferentes substratos. Substratos novos e em condições neutras de armazenagem possuem baixo número de hidroxilas. Já os substratos mais antigos e em condições adversas tendem a possuir um maior número de hidroxilas. Se a estabilidade da união entre o silano e o substrato é pobre ou sua aplicação é em meio agressivo, silanos dipodal podem apresentar melhor desempenho. As limitações na deposição de multicamadas são significantes nas nano-partículas ou nano-compósitos onde estas dimensões se aproximam daquelas do substrato. A

reatividade depende do tipo de substrato (Tabela 1), o que poder ser ditada pela composição do vidro, como visto anteriormente (GELEST, 2005).

Tabela 1 – Reatividade do silano frente a diferentes substratos.

Reatividade	Substrato
Excelente	Sílica
	Quartzo
	Vidro
Bom	Alumínio (AlO (OH))
	Alumínio-silicato (p. ex. argila)
	Cobre
	Estanho (SnO)
	Talco
	Óxidos inorgânicos (p. ex. Fe <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , TiO <sub>2</sub> , Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )
	Aço, Ferro
	Asbesto
	Níquel
	Zinco
Leve	Chumbo
	Mármore, gesso (Ca <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )
	Gispalta (CaSO <sub>4</sub> )
	Barita (BaSO <sub>4</sub> )
Pobre	Grafite
	Carvão Negro

Fonte: GELEST, 2005.

De acordo com Antonucci et al. (2005) o desempenho e a vida útil do compósito com carga de vidro ou cerâmica, dependem da natureza da resina, da carga e da fase interfacial, assim como da eficácia da polimerização. Com exceção da restauração a ouro, todos os materiais restauradores são materiais multifase tendo um compósito como microestrutura, envolvendo uma ou mais interfases. Estudos indicam que a resistência e a durabilidade da interfase são dependentes da estrutura química do silano e do processo de silanização.

Todos os monômeros usados na odontologia tais como: bis-GMA e TEGDMA possuem grupos funcionais como hidroxila, óxido de etileno e/ou grupos uretanos, os quais podem servir como locais para a absorção de água e posterior hidrólise. O agente de silanização, 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPTMS) é uma molécula bifuncional capaz de reagir através do grupo alcoxissilano com a carga, bem como com a resina através do grupo metacrilato. O grau de reação do silano com a carga através de uma extremidade (formação de ligações oxanos), e com a resina (co-polimerização) através da outra extremidade, determina a eficácia do agente silanizador. A ligação oxano (silício-oxigênio-silício), formada entre o silano e a partícula mineral pode ser muito vulnerável à hidrólise por causa da ligação covalente, a qual tem certo caráter iônico. As ligações covalentes (carbono-carbono), que se formam entre o silano e a matriz polimérica, são muito mais estáveis ao ataque hidrolítico. A durabilidade da interfase na cavidade oral e a habilidade de distribuir o estresse entre o polímero e a carga durante a mastigação é importante neste material dentário. Comercialmente, as partículas são silanizadas pela deposição de uma solução de MPTMS (3-metacriloxipropiltrimetoxisilano).

A deposição do silano por spray durante a mistura mecânica ou a moagem da carga também é empregada. A natureza da superfície do substrato inorgânico ou carga deve ser considerada na seleção do silano. Fatores que devem ser considerados incluem: o tipo de grupos hidroxil superficiais (silanol vs. a água absorvida, íons hidratados), a estabilidade hidrolítica dos grupos oxanos por área do substrato, a reatividade superficial e as propriedades físico-químicas do silano e condições de silanização (quantidade de silano, método de deposição, pH, temperatura, catalisador). A sílica, o quartzo, o silicato de zircônia e o boroaluminosilicato apresentam grupos silanol superficiais capazes de promover uma efetiva silanização. Vidros com alto conteúdo de álcalis ou fosfato não somente formam ligações oxanos estáveis como também podem evitar a interrupção da silanização e a redistribuição das ligações Si-O-Si.

A reação do silano envolve quatro passos. Primeiro ocorre a hidrólise. Segundo a condensação. Terceiro a formação das cadeias oligoméricas. Quarto ocorre a união do hidrogênio oligomérico com o grupo OH do substrato. Há normalmente apenas uma

ligação para cada silício da superfície do substrato. O grau de polimerização do silano é determinado pela quantidade de água disponível no substrato orgânico. A espessura da camada polisiloxano é também determinada pela concentração da solução siloxano, como já explicado (GELEST, 2005).

## **2.6.2. IMPREGNAÇÃO**

Impregnação é o método no qual a fibra é envolvida por matriz resinosa e é um dos principais fatores que influenciam na resistência mecânica. Quanto mais intensa for a união molecular entre a fibra e a matriz resinosa, maior é a resistência mecânica. Produtos pré-impregnados são aqueles cuja fibra é incorporada na matriz resinosa ou epóxica pelo fabricante e cujo cálculo aproximado do volume de fibras já foi determinado pelo fabricante. A vantagem desses produtos está na maior rapidez, facilidade de utilização e também na maior resistência final conseguida, uma vez que o processo industrial de impregnação e o cálculo do volume ideal de fibra na estrutura são bem estabelecidos. Produtos não impregnados, ou seja, fibras puras são facilmente encontradas no mercado e em geral são os mais baratos. A impregnação é feita pelo dentista ou técnico em prótese dentária na hora do uso. Todos os cuidados para certificar-se de que a fibra está sendo molhada ao máximo devem ser executados antes de se iniciar a incorporação de resinas poliméricas maiores. (FELIPPE et al., 2001).

A fibra pré-impregnada tornou mais fácil a sua utilização. A fibra em rede possui boas propriedades mecânicas, sendo que as fibras de arranjo unidirecionais proporcionam maior resistência flexural e rigidez (MEIERS et al., 1998).

De acordo com Butterworth et al. (2003) a molhabilidade das fibras pela resina possui importante papel no reforço protético. A estrutura e as propriedades da interface matriz-fibra desenvolvem importante função nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos reforçados com fibra. A pré-impregnação é um fator decisivo na obtenção de um aumento da resistência por parte da estrutura plástica. Outro fator que o dentista e ou o técnico em prótese dentária deve levar em consideração é a direção e a quantidade de fibra na estrutura (VALLITTU, 1997).

### 2.6.3. CONSIDERAÇÕES CLÍNICAS E LABORATORIAIS

Quanto mais paralela for a incidência da força em relação à disposição dos fios, maior será a absorção e a dissipação do esforço pela estrutura e melhor será seu desempenho. A manipulação das fibras deve ser feita com cuidado, principalmente as impregnadas, para que a superfície tratada e reativa não seja contaminada. A utilização de luvas plásticas ou de silicone é recomendada (FELIPPE et al., 2001).

Uma formulação com outro tipo material de baixo módulo de elasticidade ao invés do metilmetacrilato poderia reduzir o estresse ao nível da interface de cimentação. Uma adesão melhor do que a apresentada com próteses com uso de metal poderia também diminuir o número de falhas de adesão das próteses parciais fixas. Os compósitos reforçados com fibra possuem as especificações necessárias. A matriz termopolimerizada possui alta formação de matriz polimérica cruzada (semelhante aos produtos fotoativados) possibilitando a união adesiva ao agente cimentante através de radicais livres presentes na superfície (VALLITTU, SEVELIUS, 2000).

O grau ao qual uma estrutura se deforma ou se esforça depende da magnitude da tensão imposta. Esta relação é conhecida por lei de Hooke ( $\sigma=E.c$ ) em que a constante de proporcionalidade E é o módulo de elasticidade do material, ou módulo de Young. Esse módulo pode ser considerado como sendo rigidez ou resistência do material à deformação. Quanto maior for esse módulo, mais rígido será o material ou menor será a deformação elástica que resultará da aplicação de uma dada tensão. Clinicamente, o módulo de elasticidade significa a rigidez necessária do compósito, para fornecer conforto ao paciente durante a mastigação e que evita maiores deflexões na prótese que possam lesar a mucosa ou os dentes suporte (CALLISTER JR, 2002; BASTOS, 2003).

Segundo Callister Jr (2002) em uma escala atômica, a deformação elástica macroscópica é manifestada como pequenas alterações no espaçamento interatômico e na extensão de ligações interatômicas. Como conseqüência, a magnitude do módulo de elasticidade representa uma medida da resistência à separação de átomos adjacentes. Os valores dos módulos de elasticidade para materiais cerâmicos são caracteristicamente maiores do que para os metais e para os polímeros. Essa

diferença é consequência direta dos diferentes tipos de ligação atômica nestes materiais.

A magnitude do módulo de elasticidade expressa a intensidade dos estresses gerados durante o endurecimento da resina composta. A relação de estresse desenvolvida e sua magnitude na qual determina a seriedade do estresse dependem do modo de ação da viscoelasticidade da restauração durante a polimerização (DAUVILLIER et al., 2000).

Pouca atenção tem sido dada à contaminação adsorvida na superfície da carga que pode prejudicar um adequado molhamento e a união do silano. Como resultado podem-se ter defeitos estruturais podendo originar micro-trincas na interface matriz-carga. Por este motivo é que a descontaminação previa à silanização pode ser um caminho para uma adequada silanização (YOSHIDA et al., 2002).

Existe a possibilidade de bolhas ou defeitos serem incluídos durante a fabricação da infra-estrutura e isto determinará a longevidade clínica. (GIORDANO II, 2000).

Hirata et al. (2003) concluíram que as fibras podem ser utilizadas para substituir infra-estrutura metálica em coroas unitárias, em próteses fixas de um elemento dentário ausente e em esplintagem dentária. Concluíram também que o posicionamento da fibra influencia os resultados dos testes de resistência, já que quanto mais próximo da área de tensão, melhores são os resultados nos testes de resistência.

A resistência flexural, encontrada por Gomes et al. (2005) em testes mecânicos de ensaio flexural de três pontos com fibras unidirecionais foi acima de 500MPa. Barras com resina composta de 25x2x2mm produzidas com fibras unidirecionais Vectris Pontic e Fibrex Medial, não apresentaram diferença estatisticamente significativa. A proporção fibra/resina obtida em materiais de secção constante define a composição final do compósito. Na odontologia, pequenos cilindros ou barras de secção circular ou retangular podem ser preparados com fibras de vidro para posterior aplicação clínica. Para as fibras sem a pré-silanização e sem pré-impregnação, após serem seccionadas no tamanho adequado, a fibra de vidro é silanizada de acordo com as recomendações do fabricante e seca à temperatura ambiente durante 24h. A seguir, o monômero deve ser aplicado sem excesso, seguido da adição da resina (GOLDBERG, BURSTONE, 1992).

O mecanismo de reforço envolve a incorporação de finos filamentos de materiais externos à base da resina, a qual tem aumentadas a sua resistência flexural, resistência à fratura e aumento da força de tensão no produto final. Não há aumento na resistência à compressão. As fibras de polietileno, de vidro, ou de polipropileno de 10 a 20µm de diâmetro por fibra são adequadas para uso odontológico. A morfologia superficial de cada filamento é um fator intrínseco na retenção do sistema. Possuem uma característica esbranquiçada até sua saturação com monômero, tornando-se então transparentes. São de fácil manipulação e podem ser cortadas com bisturi e/ou com tesoura no tamanho adequado. Mantêm-se no formato desejado quando embebida com monômero (BELVEDERE, 1998).

Fibra de vidro tipo S (Fibrekor) foi utilizada em mantas de espessuras que variavam de 1,3mm, 2,2mm, 2,9mm e 4,2mm de espessura, 25mm de comprimento e 3mm de largura. Outro grupo foi realizado com 60mm de comprimento, 2 mm de largura e 2,2mm de espessura. Testes de flexão foram executados a uma velocidade de 0,5mm/min. usando um suporte com distância regulável. O módulo flexural foi calculado. A resistência flexural e o módulo flexural diminuíram com o aumento da espessura dos espécimes quando a distância foi de 20mm. Embora a resistência flexural e o módulo tenham sido menores nos espaços menores, o valor da carga foi maior. Conclui-se que as propriedades obtidas em um teste flexural padrão não são confiáveis para uma prótese dentária. A orientação, proporção, localização da fibra e tipo de matriz resinosa são parâmetros que influenciam para a obtenção de uma prótese adequada. Para as fibras unidirecionais, as suas propriedades são maiores na direção da fibra e menores perpendicular a elas. (KARMAKER, PRASAD, 2000).

Ellakwa et al. (2001) encontraram um aumento na resistência flexural nos espécimes quando a fibra de reforço estava localizada na direção da tração. A colocação da fibra na direção da tração ou ligeiramente distante deste, aumentou a propriedade flexural do compósito. A falha modifica-se conforme a posição das fibras. As fibras inseridas distantes do lado de tensão favoreceram o desenvolvimento de falhas nos espaços interfibrilares ao longo das fibras. Não houve diferença significativa entre os espécimes secos e os espécimes úmidos.



A orientação das fibras de vidro influencia as propriedades mecânicas do compósito com resina composta e o coeficiente de expansão térmica linear (LCTE). Espécimes de resina composta reforçada com fibra de vidro mostraram diferença de acordo com a orientação da fibra. A disposição da fibra longitudinalmente mostrou baixo índice de expansão térmica, enquanto transversalmente mostrou valor similar ao polímero sem carga. No compósito com disposição unidirecional, existem dois valores de LCTE. Um na direção das fibras, sendo menor por causa do mecanismo de resistência imposta pelas fibras. Outra, perpendicular às fibras mostrou o LCTE alto da matriz polimérica. A razão para o alto valor de LCTE na direção transversa é que a rigidez das fibras previne a expansão da matriz na direção longitudinal. Assim a matriz é forçada a expandir mais que o normal na direção transversal (TEZVERGIL et al., 2003).

A utilização de reforços em resinas polimetilmetacrilato (PMMA) é descrita desde a década de 60, quando Grant e Greener (1967) comprovaram o aumento da resistência destas resinas com a inclusão em seu interior de fibras de alumínio denominadas "sapphire whiskers". Os autores evidenciaram em seus resultados um considerável aumento da resistência flexional e do módulo de elasticidade das resinas acrílicas que continham uma pequena concentração dessas fibras. A partir deste fato, inúmeros tipos de desenhos de reforços metálicos foram propostos. Há relatos de estruturas fundidas, fios de vários diâmetros, malhas trançadas e até bandas ortodônticas utilizadas com a finalidade de se reforçar a resina acrílica (HENRY et al., 1990). Neste trabalho foram utilizados filamentos de fibras de vidro de 3 mm e microfibra de vidro.

A resistência à flexão é a propriedade comumente avaliada através de um teste de carga de três pontos. Esse teste mensura simultaneamente a tensão, isto é, força sobre unidade de área, de tração, de compressão e de cisalhamento de um corpo de prova em forma de barra quando submetido a uma carga. A deformação resultante na barra é representada por uma deformação compressiva na região superior e uma deformação de tração (alongamento) na região inferior. Em corpos finos o suficiente como o que foi utilizado, há um predomínio de tensões de tração ao longo da superfície inferior (ANUSAVICE, 1998).

De acordo com a fórmula matemática  $R = \frac{3 \times P \times L}{2 \times b \times d^2}$ , sendo R = tensão de ruptura na flexão (MPa), P = força de ruptura (KN), L = distância entre os cutelos de reação (m), b = largura do corpo de prova (m) e d = espessura do corpo de prova (m), a carga suportada por uma barra em resina, em um teste de deflexão, é diretamente proporcional ao quadrado da altura do corpo de prova e inversamente proporcional à distância entre os suportes em que a barra é apoiada (vão) (ANUSAVICE, 1998). Corpos-de-prova confeccionados com a mesma resina, mas tendo maiores diferenças em relação à sua altura ou, ainda testes que utilizem distâncias distintas entre os suportes, podem resultar em valores muito diferentes de resistência à flexão.

O módulo de elasticidade descreve a relativa rigidez do material que é medido pela curva da porção elástica de um gráfico tensão/deformação (ANUSAVICE, 1998). Se a carga suportada pela barra em resina, dentro do seu limite elástico, for dividida pelo valor correspondente de deformação, uma constante de proporcionalidade será obtida sendo conhecida como o módulo de elasticidade, módulo flexional, módulo elástico ou módulo de Young. O módulo de elasticidade de um material é uma constante e, ao contrário da resistência à flexão, não constitui uma medida de resistência. Quanto menor for a deformação para um determinado valor de tensão, maior será o módulo de elasticidade, sendo esta observação verificada nos resultados obtidos e apresentados acima.

### **3 – OBJETIVOS**

Os objetivos do presente trabalho foram:

Desenvolver e avaliar as propriedades mecânicas e morfológicas de um compósito à base de polimetilmetacrilato (PMMA), para ser empregado em odontologia, para confecção de bases protéticas mais resistentes, com melhor comportamento clínico e maior durabilidade, utilizando como agentes de reforços microfibras de vidro e fibras de vidro filamentosas.

Analisar a morfologia das fraturas através de microscopia eletrônica de varredura.

Analisar a resistência ao impacto, dureza, módulo de elasticidade e resistência à flexão.

## **4 – MATERIAIS E MÉTODOS**

### **4.1 – DELINEAMENTO EXPERIMENTAL**

Os corpos de prova para os testes de avaliação das propriedades foram obtidos a partir de padrões metálicos de alumínio no formato retangular e com as dimensões de 65x10x2,5mm, em conformidade com a especificação nº 12 da Associação Dental Americana (A. D. A).

As fibras e microfibras de vidro foram cedidas pela empresa Saint Gobain, porém não foi fornecido o tipo de tratamento e nem o tipo de silano utilizado para o mesmo.

A resina acrílica foi cedida pela empresa Vipi, porém não foram informadas quaisquer particularidades a não serem àquelas fornecidas nas instruções de uso.

Os corpos-de-prova em resina acrílica foram confeccionados com os materiais preparados em temperatura ambiente. Foram polimerizados 180 corpos-de-prova, sendo 20 para cada grupo, assim distribuídos:

1. Resina ativada por microondas, processada por compressão e polimerizada por microondas por 25 minutos, sem reforço, SR, grupo controle.

2. Resina ativada por microondas reforçada com fibras de vidro silanizadas do tipo P-246, na concentração de 5% e comprimento de 3mm, com dispersão manual das fibras.

3. Resina ativada por microondas reforçada com fibras de vidro silanizadas do tipo P-246, na concentração de 8% e comprimento de 3mm, com dispersão manual das fibras.

4. Resina ativada por microondas reforçada com fibras de vidro silanizadas do tipo FSR (fibra sem referência), na concentração de 5% e comprimento de 3mm. A dispersão das fibras na matriz polimérica foi realizada manualmente.

5. Resina ativada por microondas reforçada com fibras de vidro silanizadas do tipo FSR (fibra sem referência), na concentração de 8% e comprimento de 3mm, com dispersão manual das fibras.

6. Resina ativada por microondas reforçada com fibras de vidro silanizadas do tipo 688, na concentração de 5% e comprimento de 3mm, com dispersão manual das fibras.

7. Resina ativada por microondas reforçada com fibras de vidro silanizadas do tipo 688, na concentração de 8% e comprimento de 3mm, com dispersão manual das fibras.

8. Resina ativada por microondas reforçada com microfibras de vidro silanizadas do tipo M-14P, na concentração de 5%.

9. Resina ativada por microondas reforçada com microfibras de vidro silanizadas do tipo M-14P, na concentração de 8%.

No microondas foi utilizada uma potência de 180W para os primeiros vinte minutos e uma potência de 450W para os cinco minutos finais.

A concentração das fibras de vidro, inicialmente estabelecida em 5%, se baseia em dados de literatura para compósitos com melhor desempenho e a concentração em 8% foi adotada como forma de comparação.

Após estes procedimentos os corpos de prova foram retirados das muflas pelos processos laboratoriais de rotina e submetidos ao acabamento com lixas d'água 200, 400 e 600 e lima para remoção das irregularidades mais grosseiras.

A seguir, todos os corpos-de-prova foram medidos para avaliação dimensional, limpos em água destilada, armazenados em frascos identificados e separados por grupos, contendo 300 ml de água destilada à temperatura de  $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  por 48 horas  $\pm$  2 horas. Após este período foram submetidos aos testes de avaliação das propriedades.

No caso da morfologia, analisou-se apenas a superfície de fratura, uma vez que os corpos de prova foram lixados na superfície, alterando sua morfologia original.

## **4.2 – PREPARAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA**

Foram realizadas duas etapas para preparação dos corpos-de-prova. A primeira para realização dos testes de impacto, dureza e morfologia e a segunda para o ensaio de tração.

#### 4.2.1 – PREPARAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA PARA O TESTE DE IMPACTO

As amostras para o teste de resistência ao impacto foram obtidas a partir de matrizes metálicas, no formato retangular e com as dimensões de 65x10x2,5mm, em conformidade com a especificação nº 12 da A.D.A.. Estas matrizes metálicas foram moldadas com silicone laboratorial (ZETA LABOR, Zhermack S.P.A., Itália) através de sua fixação em um dispositivo, com a finalidade de padronizar as distâncias entre as mesmas segundo a técnica descrita por Del Bel Cury et al., em 2001 (Figura 3).



Figura 3. Dispositivo para confecção do molde em silicone das matrizes metálicas.

Posteriormente, o conjunto molde de silicone e matrizes metálicas devidamente posicionadas em suas respectivas cavidades foi incluído. Para tanto, primeiro foi preenchida a base da mufla para microondas (ARTIGOS ODONTOLÓGICOS VIPI LTDA, São Paulo, Brasil) na sua totalidade utilizando gesso pedra tipo III (HERODENT, Vigodent, Rio de Janeiro, Brasil), na proporção de 100g/30ml de água, espatulado manualmente durante 60s. O molde de silicone foi centralizado na mufla respeitando a distância mínima de 5,0mm em relação às bordas internas, seguindo as normas técnicas da British Standards Institution (nº 2487:1989).

Após a cristalização do gesso, a contra-mufla foi posicionada e uma camada de  $\pm$  3,0mm de silicone laboratorial (ZETA LABOR, Zhermack S.P.A., Itália) foi acomodada sobre toda a superfície da mufla, cobrindo-se tanto o gesso como o molde de silicone que continha as matrizes metálicas posicionadas em suas cavidades. Em seguida, nova camada de gesso pedra tipo III (HERODENT, Vigodent, Rio de Janeiro, Brasil) foi

manipulado e vertido no interior da contra-mufla até seu preenchimento total. Dessa forma, todas as faces das amostras estiveram em contato com o silicone.

As muflas foram então mantidas sob pressão, inicialmente separadas por uma película plástica, em prensa hidráulica durante aproximadamente 10 minutos e depois colocadas em descanso para o término da cristalização do gesso. Após esse período, as muflas foram separadas e as matrizes metálicas removidas, obtendo-se as cavidades moldes para confecção dos corpos-de-prova em resina (Figura 4).

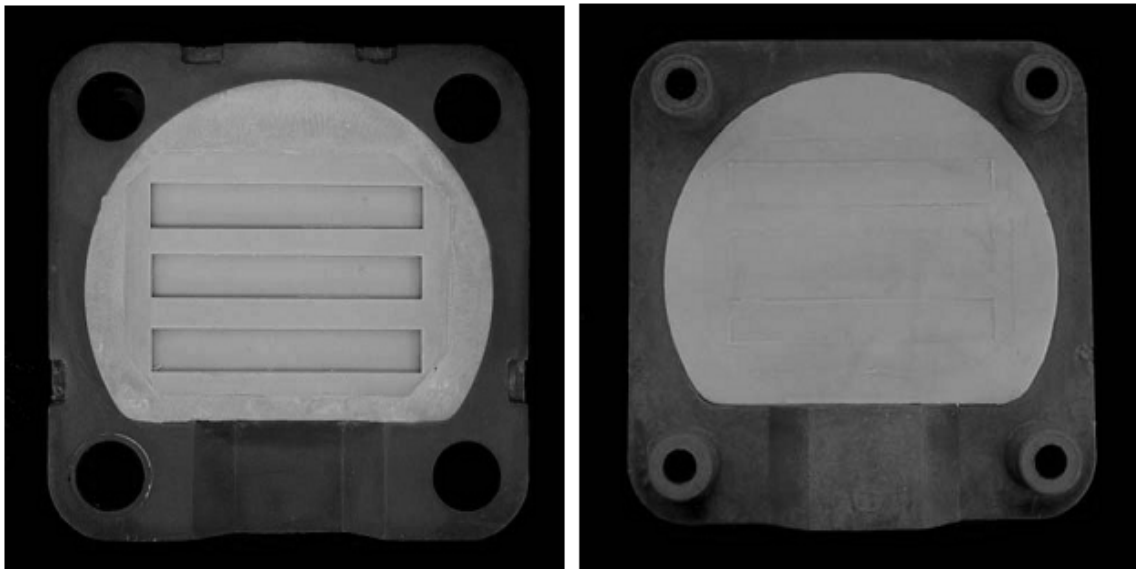


Figura 4. Mufla e contra-mufla plásticas com as respectivas cavidades dos moldes.

A seguir, ambas as partes do gesso e silicone de inclusão foram lavadas com água e detergente neutro com auxílio de uma escova macia, e, a superfície do gesso da mufla foi recoberta com uma fina camada de isolante para resina Al Cote (Dentsply Ind. e Com. Ltda, Rio de Janeiro, Brasil). A resina acrílica Vipi Wave (VIPI, São Paulo, Brasil) foi então preparada conforme instruções do fabricante e inserida nas cavidades do molde. As muflas foram fechadas e comprimidas vagarosamente em prensa hidráulica de bancada sob pressão de 1,25 toneladas durante 30 segundos.

Posteriormente, as muflas foram parafusadas ainda na prensa de bancada, e levadas individualmente ao forno de microondas (ELECTROLUX de 900 W), equipado com prato giratório, e polimerizadas de acordo com os ciclos descritos no delineamento experimental.

Após a polimerização, a mufla plástica foi devidamente resfriada sobre a bancada, durante duas horas, aberta, os espécimes retirados e submetidos ao acabamento inicial com lima com a finalidade de remover os excessos, e posteriormente com granulação decrescente de 600 a 1200 até alcançarem as dimensões estabelecidas para o experimento, aferidas por um paquímetro da marca MITUTOYO.

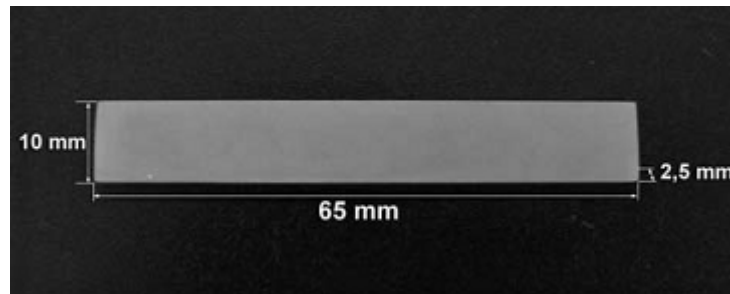


Figura 5. Imagem do corpo-de-prova.

Obtidos todos os corpos-de-prova necessários para o teste de impacto, os mesmos foram limpos em água destilada, e armazenados em frascos identificados contendo 300 ml de água destilada à temperatura de  $37\pm 1^{\circ}\text{C}$  por 48 horas.

Após este período os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de resistência ao impacto. Desta forma, foram confeccionados 10 corpos-de-prova para cada tipo de reforço de fibra de vidro e 10 corpos-de-prova sem reforço, servindo como padrão.

#### **4.2.2 – PREPARAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA PARA O TESTE DE FLEXÃO E ELASTICIDADE**

A preparação dos corpos-de-prova para os testes de flexão foi idêntica à preparação das amostras para os testes de impacto, como explicado acima.



## **4.3 – AVALIAÇÃO DOS ENSAIOS MECÂNICOS E MORFOLÓGICOS**

### **4.3.1 – RESISTÊNCIA AO IMPACTO**

A avaliação da resistência ao impacto foi realizada em apenas uma ocasião, ou seja, após 48 horas  $\pm$  2 horas de imersão em água, em máquina de ensaio de impacto Otto Wolpert Werke, pelo método Charpy, com carga (ação de impacto) de 40 kgf/cm<sup>2</sup>, que corresponde a 3,9466J/m.

A resistência ao impacto foi determinada medindo-se a energia absorvida de uma carga em um pêndulo, quando este foi deixado cair sobre o espécime com a finalidade de fraturá-lo. Este teste dinâmico avaliou a resistência do espécime quando recebeu um impacto de carga controlada. Após a fratura foi verificada e avaliada a energia absorvida (Craig, 2002).

Assim, o equipamento forneceu o valor de energia absorvida pelo espécime para que o mesmo fosse fraturado em kgf/cm<sup>2</sup>. Esta unidade foi convertida para unidade de medida universal, Joules, através da seguinte fórmula: 1Kgf/cm<sup>2</sup>= 0,0980665J/m.

Com este teste pode-se avaliar quanto de energia de impacto o material tolera (absorve) antes de fraturar.

### **4.3.2 – DUREZA**

Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de dureza Shore-D em microdurômetro determinando a resistência dos corpos-de-prova quanto à penetração. Cada corpo de prova foi submetido a uma penetração em cada uma das três áreas de superfície (central e duas extremidades).

As medidas foram realizadas com auxílio de Durômetro Microtest 7206-SB diretamente sobre os corpos-de-prova utilizando carga de 5kgf no equipamento. A leitura do medidor do durômetro foi realizada 10 segundos após a estabilização do indicador do aparelho, a temperatura ambiente.

### 4.3.3 – RESISTÊNCIA À FLEXÃO E MÓDULO DE ELASTICIDADE

As avaliações da resistência flexão e do módulo de elasticidade foram realizadas em apenas uma ocasião, ou seja, após 48 horas de imersão em água, conforme a especificação nº 12 da A.D.A., em máquina de ensaio universal, marca EMIC modelo DL2000, pertencente ao Laboratório de Análises da Cromex.

A resistência à flexão foi determinada com a aplicação de carga de uma velocidade constante de 5 mm/s sobre o meio do corpo até ocorrer a ruptura. Verificando assim, a força empregada, (CRAIG, 2002)

### 4.3.4 – MORFOLOGIA DA FRATURA

Os fragmentos dos corpos-de-prova fraturados obtidos após o ensaio de resistência ao impacto foram objeto de análise de suas fraturas. Esta análise foi realizada através de microscopia de varredura na superfície fraturada e permitiu avaliar a deformação plástica através da inspeção visual microscopia de varredura dos grupos de reforços de fibra de vidro em estudo, para delinear o seu comportamento microestrutural.



Figura 6. Fragmentos resultantes do teste de resistência ao impacto, para a análise microscópica. Demonstração da posição da imagem observada na lupa estereoscópica.

Todas as superfícies fraturadas foram observadas em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), utilizando o microscópio eletrônico de auto-vácuo LEO 400I. Para tanto, os fragmentos A e B de todos os corpos-de-prova fraturados foram anexados com fitas adesivas de carbono e cobre em stubs próprios para análise e recobertos com

uma fina camada em ouro (100-200 Å) em metalizadora, para que fosse possível gerar uma via de fluência dos feixes de elétrons incidentes e absorvidos para a formação da imagem.

## 5 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 – ANÁLISE DESCRITIVA

Analisou-se estatisticamente 4 grupos de corpos de prova, sendo que cada grupo apresentava diferentes tipos de reforços divididos em dois níveis de concentração.

Compararam-se estatisticamente todos os níveis de reforço entre si com relação ao Impacto, Resistência à Flexão, Módulo de Elasticidade e Dureza, verificando-se ainda se houve ou não diferença significativa entre eles para cada variável resposta.

Utilizou-se o software estatístico Minitab versão 15.0 e as tabelas foram geradas a partir do Excel Windows 2003, aplicando-se a análise de variância e o teste Tukey ao nível de 5%, a fim de verificar possíveis diferenças estatisticamente significante entre estes.

### 5.2 – RESISTÊNCIA AO IMPACTO

A análise de estatística demonstrou não haver diferenças significativas entre os corpos de prova sem reforço (grupo controle) e os corpos de prova com diferentes tipos reforços ( $p < 0,05$ ), comprovados pela análise de variância ao nível de 5%. A análise estatística aplicada entre os diferentes tipos de reforços mostrou, à análise de variância, diferenças estatisticamente significantes ( $*p < 0,05$ ). A tabela 2 demonstra os p-valores entre estes grupos.

Tabela 2. Resultado do Teste de Tukey para a Avaliação do Teste ao Impacto.

Formulações	Tipos de Reforços	Impacto (J/m)			
		FSR 5%	FSR 8%	688 8%	M14P 5%
2	P 246 5%	$p < 0,00^*$	$p < 0,00^*$	-	-
3	P 246 8%	$p < 0,00^*$	$p < 0,04^*$	-	-
4	FSR 5%	-	-	$p < 0,02^*$	$p < 0,00^*$
5	FSR 8%	-	-	-	$p < 0,02^*$

As médias dos valores obtidos pelo teste de resistência impacto (J/m) para os corpos-de-prova reforçados com fibras filamentosas e microfibras de vidro estão expressas na tabela 3 e nas figuras 7 e 8.

Tabela 3. Médias e desvios-padrão da energia absorvida pelo Impacto, no momento da ruptura, de acordo com as formulações.

Formulações	Tipos de Reforços	Resistência ao Impacto (J/m)				
		Quantidade	Média	Desvio Padrão	Valor Mínimo	Valor Máximo
<b>1</b>	<b>SR</b>	10	0,24	0,03	0,21	0,21
<b>2</b>	<b>P246 5%</b>	10	0,26	0,06	0,17	0,38
<b>3</b>	<b>P246 8%</b>	10	0,25	0,04	0,22	0,33
<b>4</b>	<b>FSR 5%</b>	10	0,18	0,03	0,13	0,26
<b>5</b>	<b>FSR 8%</b>	10	0,19	0,02	0,17	0,24
<b>6</b>	<b>688 5%</b>	10	0,22	0,04	0,17	0,26
<b>7</b>	<b>688 8%</b>	10	0,24	0,02	0,20	0,26
<b>8</b>	<b>M14P 5%</b>	10	0,25	0,03	0,20	0,29
<b>9</b>	<b>M14P 8%</b>	10	0,23	0,03	0,20	0,27

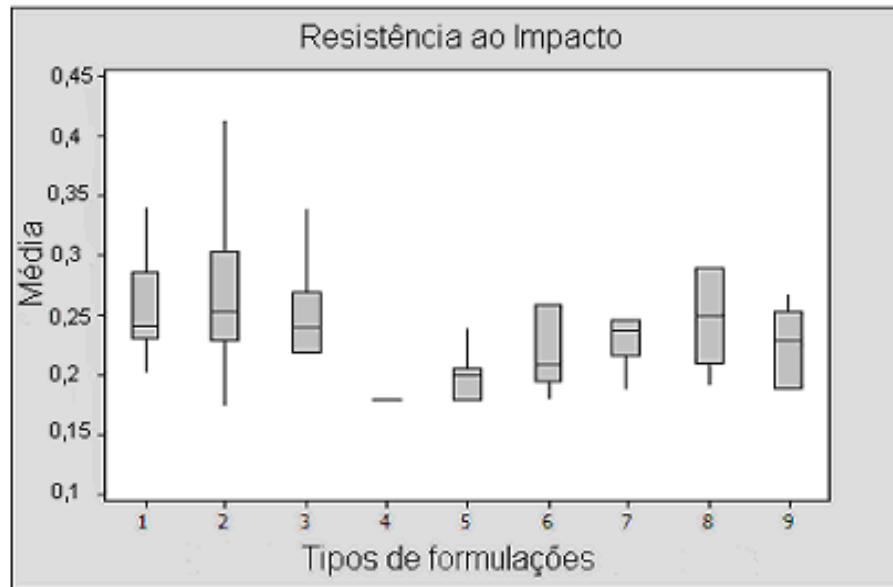


Figura 7. Resultado estatístico das médias das formulações dos corpos-de-prova submetidos ao teste de Resistência ao Impacto (J/m).

Fonte: STATJÚNIOR, 2008.

A figura 7 mostra um gráfico de boxplot, ou desenho esquemático, do teste de impacto (J/m) onde foram representadas as médias dos corpos-de-prova reforçados com fibras de vidro filamentosas e microfibras de vidro e os corpos-de-prova do grupo controle (sem reforço). É uma análise gráfica que utiliza cinco medidas estatísticas: valor mínimo, valor máximo, mediana, primeiro e terceiro quartil da variável quantitativa. Este conjunto de medidas ofereceu a idéia da posição, dispersão, assimetria, caudas e dados discrepantes. As posições relativas de Q1, Q2 e Q3 dão uma noção da assimetria da distribuição. Os comprimentos das caudas foram dados pelas linhas que vão do retângulo aos valores atípicos (GUEDES, 2007).

Observou-se que no intervalo interquartil (dentro do retângulo), referente aos tipos de formulações 1, 2, 3, 6, 8 e 9, existiam 50% dos dados, dos quais, 25% estavam entre a linha da mediana e a linha do primeiro quartil e os outros 25% estavam entre a linha da mediana e a linha do terceiro quartil. Cada linha da cauda mais os valores discrepantes continham os 25% restantes da distribuição, mostrando-se que a distribuição dos corpos-de-prova apresenta assimetria positiva, ou seja, dispersaram-se para os valores maiores, constatando-se a variabilidade dos corpos-de-prova.

Para os corpos-de-prova 4, 5 e 7, verificou-se que a amplitude total, ou seja, a diferença entre os valores máximos e mínimos, foi menor em comparação às distribuições dos corpos-de-prova 1, 2, 3, 6, 8 e 9.

Realizando uma análise crítica da figura apresentada, observou-se que os valores dos corpos-de-prova reforçados ficaram próximos aos valores dos corpos-de-prova sem reforço, sendo comprovado pelo teste Tukey a não significância estatística dos resultados.

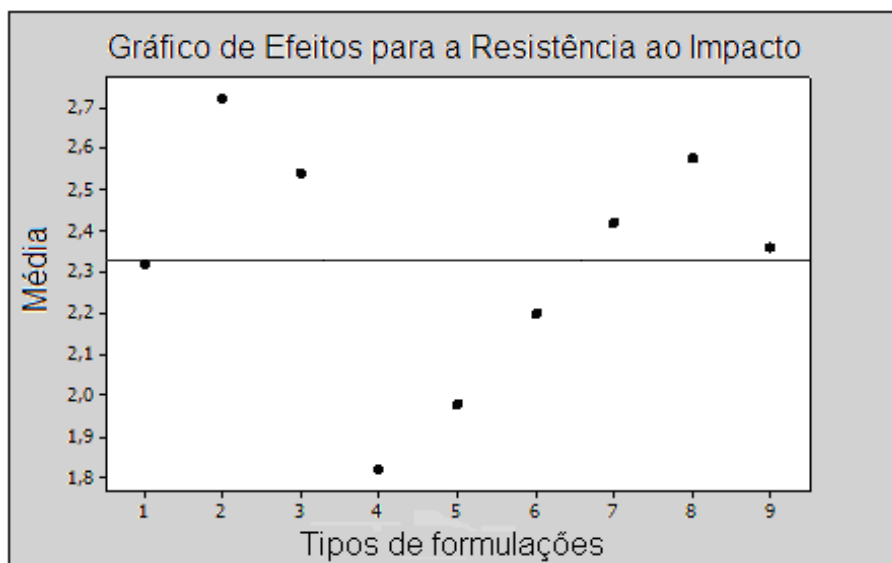


Figura 8. Efeito do Reforço para o teste de Resistência ao Impacto.

Fonte: STATJÚNIOR, 2008.

A figura 8 diz respeito ao gráfico de efeitos para a resistência ao impacto, observando-se que a linha horizontal localizada entre os pontos diz respeito à mediana dos corpos-de-prova analisados, incluindo os reforçados e grupo controle e a variação estatística entre os mesmos. Observou-se que os pontos dispostos acima da mediana dizem respeito aos corpos-de-prova das amostras 2, 3, 7, 8 e 9 e, mesmo estando estes pontos acima dessa média, os valores encontrados não chegaram a ter significância estatística em relação aos corpos-de-prova do grupo controle, pois este tipo de gráfico expõe apenas a distância entre os pontos averiguados. Os pontos apresentados abaixo da linha correspondente à média, ou seja, os pontos 4, 5 e 6 reforçam os resultados da não significância estatística entre eles e os corpos-de-prova sem reforço (grupo controle).

Para a resina acrílica, a literatura coloca alguns aspectos que devem ser alcançados no material polimerizado para que este seja passível de utilização em meio bucal, dentre estes se destacam: a compatibilidade tecidual, a boa resistência à tração e à compressão, que se traduz em resistência à fadiga relativamente alta, propriedades térmicas satisfatórias e estabilidade dimensional (CRAIG et al., 2002).

Segundo Craig (2002) as resinas acrílicas convencionais devem apresentar valores de resistência ao impacto em torno de 0,26 J/m. Neste estudo, como exposto na Tabela 3, os resultados encontrados para os corpos-de-prova reforçados com fibras de vidro filamentosas e microfibras de vidro, bem como os corpos-de-prova sem reforço ficaram na média de 0,23 J/m, e estes valores encontrados para a resistência ao impacto da resina acrílica de microondas tornando-se de difícil comparação com aqueles encontrados na literatura em virtude do mesmo ser útil como propriedade comparativa dentro de um mesmo experimento (CALLISTER JR, 2002). Porém, como não se verificaram diferenças estatísticas significantes entre os corpos-de-prova (sem reforço e reforçados) estudados ( $p < 0.05$ ), este fato indica que os corpos-de-prova reforçados com fibras de vidro filamentosas e microfibras de vidro foram tão resistentes quanto os corpos-de-prova sem reforço, não sendo evidenciadas alterações de comportamento deste material quando o mesmo fosse submetido a impactos bruscos e inesperados.

Segundo Jacob et al. (2001) a temperatura desenvolvida durante a reação de polimerização de resinas por microondas, não é constante. Esta temperatura aumenta rapidamente no início, atinge seu valor máximo e em seguida diminui atingindo valores da ordem de 150-200°C. Azzari et al. (1997) avaliaram a resistência ao impacto de resina polimerizada por energia de microondas e verificaram que a resina processada sofre influência quanto à variação da potência e do tempo de exposição à irradiação por microondas e que tanto o impacto quanto o tempo podem ser regulados com o objetivo de controlar a velocidade e o grau de conversão do monômero em polímero. Observaram que quando a resina foi processada por maior período de tempo e à menor potência apresentou o menor valor de resistência ao impacto quando comparada àquela processada durante o mesmo período de tempo, mas com maior potência. No estudo realizado pode-se avaliar os resultados obtidos e verificou-se que apesar do



ciclo de polimerização da resina Vipi Wave incluir no final do processamento um período de cinco minutos à uma potência de 450W, o ciclo inicial inclui um período de vinte minutos à uma potência de 180W, não ocorrendo assim, um aumento do valor de resistência ao impacto.

Outra hipótese para explicar o menor valor resistência ao impacto apresentado pela resina Vipi Wave pode estar relacionada ao tipo e concentração do agente de ligação cruzada presente em sua composição. A influência do comprimento da cadeia do agente de ligação cruzada sobre as propriedades mecânicas de resinas acrílicas foi cuidadosamente estudada por Caycik e Jagger (1992). Estes autores encontraram uma melhora na resistência ao impacto com o uso de 10% de agente de ligação cruzada adicionado ao monômero, entretanto, a resistência ao impacto diminuiu progressivamente com altas concentrações. Assim, diferentemente das outras resinas avaliadas, a Vipi Wave possui como agente de ligação cruzada o dietileno glicol dimetacrilato (DEGDMA), mas o fabricante não fornece informações adicionais a respeito da concentração deste agente. Provavelmente, estes quando incorporados às resinas tem a finalidade de ativar as cadeias poliméricas lineares de polimetimetacrilato formando uma rede tridimensional, e assim também se tornam responsáveis pela absorção de energia no momento do impacto e, desta forma, impedindo que os reforços utilizados neste experimento desenvolvam alguma melhora quanto à resistência ao impacto.

Com relação à resistência ao impacto de um material, esta pode ser influenciada por vários fatores como o monômero residual, trincas e até mesmo de um grau de desadaptação inaceitável das próteses removíveis, que em por si ou em conjunto podem levar ao insucesso da reabilitação protética bem como ao comprometimento da saúde dos tecidos da cavidade oral (BEYLI, 1981; DARBAR, 1991).

O modelo clássico da micro-mecânica de reforço em compósitos poliméricos estipula que a interface polímero-reforço seja composta de uma camada restrita fina e rígida, de perfeita adesão interfacial ou com altas forças friccionais entre fibra e matriz, para assegurar uma eficiente transferência de tensão (PLUEDDEMANN, 1991). Na prática, a quantidade mínima de silano depositada na superfície da fibra de vidro resulta numa camada interfacial pouco deformável que, apesar de maximizar as propriedades

mecânicas de módulo de rigidez, resistência à tração/flexão e à fluência do compósito, possuem mínima capacidade de relaxar as tensões internas advindas do grande diferencial de contração térmica dos seus componentes, resultando numa queda substancial dos valores de tenacidade e resistência ao impacto nos compósitos de termoplásticos reforçados com fibras de vidro curtas (ERICKSON et al., 1974; PLUEDDEMANN, 1991), fato este observado neste trabalho, visto que não foram verificadas diferenças estatisticamente significantes entre os corpos-de-prova do grupo controle (SR) e os reforçados com fibras curtas e microfibras de vidro.

De acordo com Callister Jr (2002) a orientação e distribuição das fibras têm influência significativa sobre a resistência e outras propriedades do compósito, já que a fibra orientada e distribuída uniformemente possibilita uma atuação mais efetiva como reforço para a matriz. Como na preparação dos corpos-de-prova as fibras foram dispostas de forma aleatória, isto deve ter influenciado no resultado, já que não houve aumento estatisticamente significativo na resistência ao impacto para os corpos-de-prova reforçados com as fibras filamentosas e microfibra de vidro em relação aos corpos-de-prova do grupo controle.

### **5.3 – MÓDULO DE ELASTICIDADE**

A análise de estatística demonstrou haver diferenças significativas entre os corpos-de-prova sem reforço (grupo controle) e todos os corpos de prova com diferentes tipos de reforços ( $p < 0,001$ ), comprovada pela análise de variância ao nível de 1%. A tabela 4 demonstra os p-valores entre estes grupos.

A análise estatística aplicada entre os diferentes tipos de reforços mostrou, à análise de variância, diferenças estatisticamente significante ( $*p < 0,05$ ), também especificado na tabela 4.

Tabela 4. Resultados do teste de Tukey para a Avaliação do Módulo de Elasticidade.

Formulações	Tipos de Reforços	Módulo de Elasticidade (MPa)							
		P246	P246	FSR	FSR	688	688	M14P	M14P
		5%	8%	5%	8%	5%	8%	5%	8%
1	SR	p<0,00	p<0,00	p<0,00	p<0,00	p<0,00	p<0,00	p<0,00	p<0,00
3	P246 8%	-	-	-	-	-	-	p<0,06*	p<0,04*
4	FSR 5%	-	-	-	-	-	-	-	p<0,07*
5	FSR 8%	-	-	-	-	-	-	p<0,07*	p<0,04*
7	688 8%	-	-	-	-	-	-	p<0,02*	p<0,01*

As médias para o módulo de elasticidade obtidos em MPa estão expressas na tabela 5 e nas figuras 9 e 10.

Tabela 5 – Médias e desvios-padrão para o Módulo de Elasticidade.

Formulações	Tipos de Reforço	Módulo de Elasticidade (MPa)				
		Quantidade	Média	Desvio Padrão	Valor Mínimo	Valor Máximo
1	SR	10	18,29	3,38	12,78	23,30
2	P246 5%	10	27,18	2,95	23,18	31,59
3	P246 8%	10	28,59	2,85	24,31	32,01
4	FSR 5%	10	28,30	2,64	23,56	32,80
5	FSR 8%	10	28,53	3,48	23,63	36,28
6	688 5%	10	27,05	1,94	23,61	30,42
7	688 8%	10	29,04	2,20	26,69	33,38
8	M14P 5%	10	24,67	3,12	18,75	28,56
9	M14P 8%	10	24,47	2,38	20,85	27,78

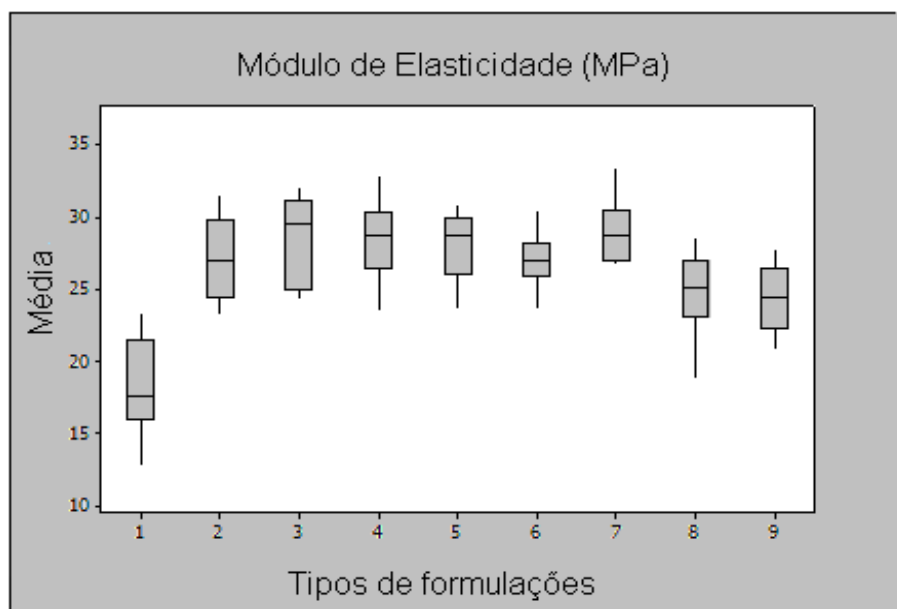


Figura 9. Resultado estatístico das médias das formulações dos corpos-de-prova submetidos ao teste de tração para obtenção do Módulo de Elasticidade (MPa).

Fonte: STATJÚNIOR, 2008.

A figura 9 mostra um gráfico de boxplot do Módulo de Elasticidade (MPa) onde estão representadas as médias dos corpos-de-prova reforçados com fibras de vidro filamentosas e microfibras de vidro e os corpos-de-prova do grupo controle (sem reforço). Realizando uma análise crítica da figura apresentada, observou-se que os valores das médias e dos valores mínimos e máximos dos corpos-de-prova reforçados ficaram acima dos valores das médias e dos valores mínimos e máximos dos corpos-de-prova sem reforço, sendo comprovado pelo teste Tukey a significância estatística dos resultados.

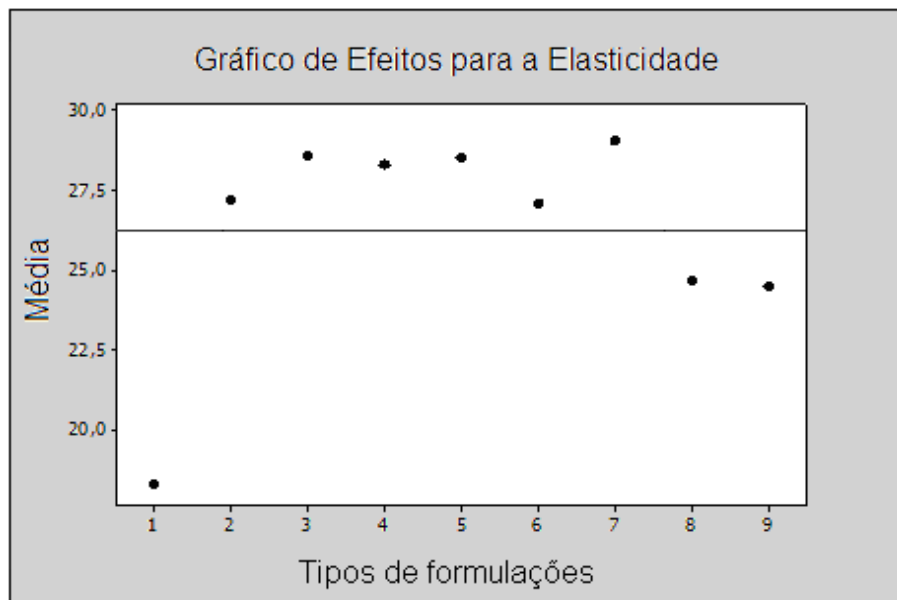


Figura 10. Efeito do Reforço para a Avaliação do Módulo de Elasticidade.  
 Fonte: STATJÚNIOR, 2008.

A figura 10 diz respeito ao gráfico de efeitos para a resistência ao impacto, onde se observou que a linha horizontal localizada no interior do gráfico diz respeito à mediana obtida entre os valores de todos os corpos-de-prova analisados, incluindo os reforçados e grupo controle (sem reforço) e, observou-se que os pontos correspondentes aos corpos-de-prova reforçados (amostras 2 a 9) obtiveram médias estatísticas maiores que a mediana resultando ao nível de 1% ou  $p < 0,01$  de significância em comparação aos corpos-de-prova do grupo controle (sem reforço). Observou-se também que, os corpos-de-prova reforçados referentes às amostras 8 e 9, mesmo estando localizados abaixo da mediana, obtiveram resultados acima da média dos corpos-de-prova sem reforços obtendo-se assim, resultados estatísticos significativos

Mediante estes resultados pode-se fazer uma análise da morfologia da fratura dos corpos-de-prova reforçados e, verificou-se que as amostras que obtiveram uma melhor interação entre o tipo de reforço utilizado e a matriz polimérica (figuras 14 a 19) ficaram acima da mediana e, os corpos-de-prova reforçados localizados abaixo da linha mediana não tiveram grandes interações (figuras 20 e 21).

O alto módulo de elasticidade das fibras relacionou-se diretamente à resistência flexural dos compósitos, que recebem o estresse com reduzida deformação (JOHN, 2001). Fenômeno este observado nos resultados alcançados, uma vez que se obtiveram altos módulos de elasticidade para todos os corpos-de-prova reforçados e alta resistência flexural, sendo esta analisada mais a frente.

#### 5.4 – RESISTÊNCIA À FLEXÃO

A análise de estatística demonstrou haver diferenças estatisticamente significativas entre os corpos de prova sem reforço (grupo controle) e todos os corpos de prova com diferentes tipos reforços, variando de  $p < 0,001$  a  $p < 0,05$ , comprovada pela análise de variância ao nível de 1% a 5%. A tabela 6 demonstra os p-valores entre estes grupos.

Tabela 6. Resultado do Teste de Tukey para a Resistência à Flexão.

Formulação	Tipos de Reforços	Resistência à Flexão (MPa)							
		P246	P246	FSR	FSR	688	688	M14P	M14P
		5%	8%	5%	8%	5%	8%	5%	8%
1	SR	p< 0,00	p< 0,00	p< 0,00	p< 0,01	p< 0,01	p< 0,01	p< 0,05	p< 0,05

As médias para a resistência à flexão obtidos em MPa estão expressas na tabela 7 e nas figuras 11 e 12.

Tabela 7 - Médias e desvios-padrão da Resistência à Flexão.

Formulações	Tipos de Reforço	Resistência à Flexão (MPa)				
		Quantidade	Média	Desvio Padrão	Valor Mínimo	Valor Máximo
1	SR	10	1,87	0,56	0,92	2,69
2	P246 5%	10	2,35	0,40	1,67	2,90
3	P246 8%	10	2,79	0,47	1,88	3,29
4	FSR 5%	10	2,51	0,31	1,83	2,86
5	FSR 8%	10	2,62	0,20	2,41	2,96
6	688 5%	10	2,57	0,32	2,03	3,09
7	688 8%	10	2,73	0,37	2,30	2,91
8	M14P 5%	10	2,42	0,37	1,70	2,79
9	M14P 8%	10	2,04	0,27	1,73	2,41

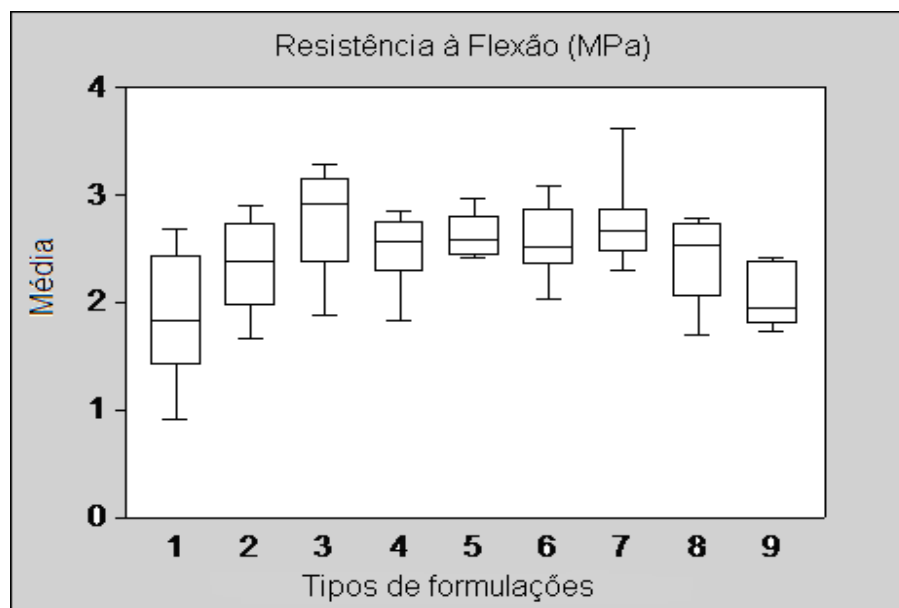


Figura 11 – Resistência à Flexão (MPa).

Fonte: STATJÚNIOR, 2008.

A figura 11 mostra um gráfico de boxplot da Resistência à Flexão (MPa) onde estão representadas as médias dos corpos-de-prova reforçados com fibras de vidro filamentosas e microfibras de vidro e os corpos-de-prova do grupo controle (sem

reforço). Realizando-se uma análise crítica da figura apresentada, pode-se observar que os valores das medianas dos corpos-de-prova reforçados foram de 2,5 e ficaram distantes em relação aos valores médios dos corpos-de-prova sem reforço que foi de 1,87, sendo comprovado pelo teste Tukey a significância estatística dos resultados aos níveis de 1% para os reforços (P246 5 e 8%, FSR 5 e 8% e 688 5 e 8%) e nível de 5% para os reforços (M14P 5 e 8%).

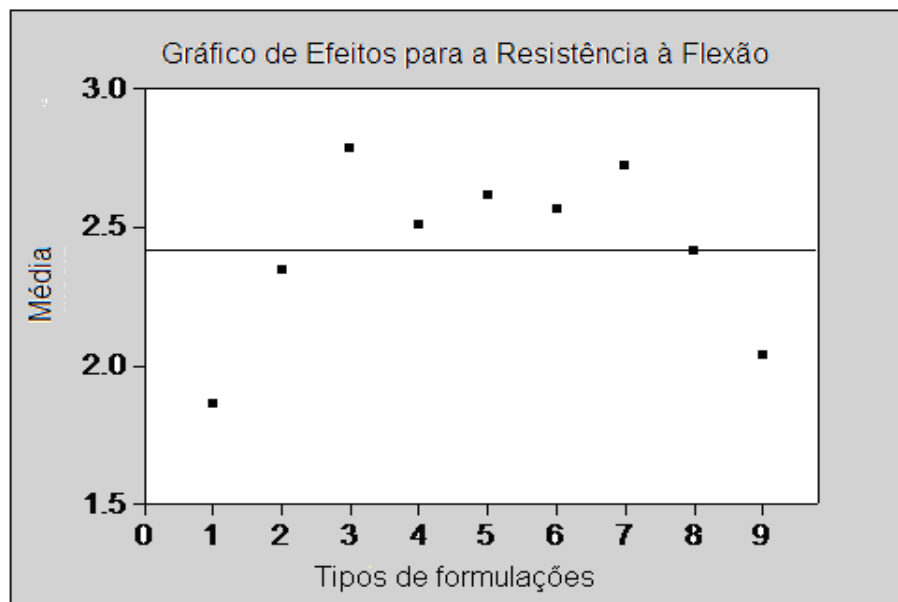


Figura 12 – Efeito do Reforço para o teste de Resistência à Flexão.

Fonte: STATJÚNIOR, 2008.

A figura 12 diz respeito ao gráfico de efeitos para a resistência à flexão, onde se observou que a linha horizontal localizada no interior do gráfico diz respeito à mediana obtida entre os valores de todos os corpos-de-prova analisados, incluindo os reforçados e grupo controle (sem reforço) e, observou-se que os pontos correspondentes aos corpos-de-prova reforçados com as fibras filamentosas (P246 8%, FSR 5 e 8%, 688 5 e 8% e M14P 5%) obtiveram resultados estatísticos significativos ao nível de 1% ou  $p < 0,01$  e os reforços (P246 5% e M14P 8%) obtiveram ao nível de 5% ou  $p < 0,05$  de significância em comparação aos corpos-de-prova do grupo controle (sem reforço). Observou-se também que, os corpos-de-prova reforçados referentes às amostras 2 e 9 e, apesar de estarem localizados abaixo da linha mediana, fazem parte dos resultados estatísticos significativos pois, suas médias (2,35 e 2,04 respectivamente), são superiores à média dos corpos-de-prova do grupo controle (sem reforço), apesar do



reforço M14P 8% ter apresentado um valor médio de 2,04, ou seja, próximo ao valor da média dos corpos-de-prova do grupo controle, 1,87, constatou-se uma diferença significativa devido à grandeza dimensional dos espécimes estudados.

Os testes laboratoriais de resistência à flexão são os mais utilizados (BEUN et al., 2007; ROCHA et al., 2006; TURSSI et al., 2007; RODRIGUES FILHO et al., 2006; TAKEHIGE et al., 2007; RODRIGUES JUNIOR et al., 2007), pois durante o ensaio mecânico observam-se a formação de tensões complexas de tração, compressão e cisalhamento; semelhantes àquelas que determinam a ruptura de uma restauração (SINHORETI et al., 2000, ANUSAVICE, 2003); determinando indiretamente a resistência à fratura em áreas de grande esforço mastigatório e em áreas de contato oclusal, como é o caso das cristas marginais (REINHARDT et al., 1994) e assim, prever o desempenho clínico de um material restaurador (COOPER, 1998), em outras palavras, a resistência à flexão é o tipo de força que mais se assemelha àquelas que ocorrem durante o uso da prótese pelo paciente (CRAIG, 2002).

As fibras agem nas regiões mais frágeis dos espécimes aumentando a resistência à tração e evitando a sua fratura através da interrupção da propagação de trincas, (POWELL, 1994).

Segundo Hargreaves (1969) estudos sobre a função mastigatória induz a resina da base protética ao estresse e em poucos anos propicia sua deteriorização, levando-a a fratura.

Foi observado nos resultados apresentados que todos os corpos de prova reforçados obtiveram melhora significativa em relação aos corpos-de-prova do grupo controle (SR), porém os reforços de maior significância são (P246 5%, P246 8% e o FRS 5%), obtendo-se  $p < 0,001$ , ou seja, 1% de significância estatística, podendo afirmar que houve uma boa adesão entre as fibras de vidro e a matriz polimérica. Estes resultados concordam com outros semelhantes encontrados na literatura como, por exemplo, os trabalhos de Vallittu et al. (1999) analisam que quanto melhor a adesão entre as fibras de vidro e a resina, melhor será a resistência à flexão e o módulo de elasticidade dos espécimes. A resistência à flexão, segundo Hayden (1986) está relacionada com a eficiência da polimerização e conseqüente formação de cadeias curtas de polímeros de baixo peso molecular.

## 5.5 – AVALIAÇÃO DA DUREZA

A análise de estatística demonstrou não haver diferenças estatisticamente significativas entre os corpos de prova sem reforço (grupo controle) e todos os corpos de prova com os 4 diferentes tipos de reforços ( $p < 0,05$ ), comprovada pela análise de variância ao nível de 5% para as durezas (Direita, Centro e Esquerda).

As médias para as Durezas (Esquerda, Central e Direita), e obtidas em kgf estão expressas nas tabelas 8, 9 e 10.

Tabela 8. Médias e desvios-padrão da Dureza Shore Esquerda, no momento da quebra, de acordo com os ciclos de polimerização avaliados.

Formulações	Tipos de Reforços	Dureza Shore Esquerda (kgf)				
		Quantidade	Média	Desvio Padrão	Valor Mínimo	Valor Máximo
1	SR	10	71,45	4,41	64,00	79,00
2	P246 5%	10	76,20	3,74	71,00	83,00
3	P246 8%	10	77,18	5,93	65,00	84,00
4	FSR 5%	10	69,64	5,10	59,00	75,00
5	FSR 8%	10	71,27	5,68	63,00	78,00
6	688 5%	10	73,80	5,33	66,00	84,00
7	688 8%	10	71,10	4,72	61,00	79,00
8	M14P 5%	10	72,30	3,12	68,00	78,00
9	M14P 8%	10	71,20	3,22	65,00	75,00

Tabela 9. Médias e desvios-padrão da Dureza Shore Central, no momento da quebra, de acordo com os ciclos de polimerização avaliados.

Formulações	Tipos de Reforços	Dureza Shore Central (kgf)				
		Quantidade	Média	Desvio Padrão	Valor Mínimo	Valor Máximo
1	SR	10	78,10	2,99	72,00	83,00
2	P246 5%	10	78,90	6,59	61,00	85,00
3	P246 8%	10	80,09	3,11	75,00	83,00
4	FSR 5%	10	78,00	3,74	69,00	83,00
5	FSR 8%	10	78,18	2,89	73,00	84,00
6	688 5%	10	79,80	3,46	73,00	84,00
7	688 8%	10	77,90	4,07	71,00	84,00
8	M14P 5%	10	79,30	2,86	75,00	83,00
9	M14P 8%	10	82,20	2,53	76,00	84,00

Tabela 10. Médias e desvios-padrão da Dureza Shore Direita, no momento da quebra, de acordo com os ciclos de polimerização avaliados.

Formulações	Tipos de Reforços	Dureza Shore Direita (kgf)				
		Quantidade	Média	Desvio Padrão	Valor Mínimo	Valor Máximo
1	SR	10	71,85	4,41	60,00	78,00
2	P246 5%	10	77,30	3,74	73,00	83,00
3	P246 8%	10	76,91	5,93	68,00	83,00
4	FSR 5%	10	73,82	5,10	68,00	80,00
5	FSR 8%	10	75,00	5,68	65,00	82,00
6	688 5%	10	77,20	5,33	67,00	96,00
7	688 8%	10	72,60	4,72	63,00	78,00
8	M14P 5%	10	73,00	3,12	67,00	79,00
9	M14P 8%	10	74,60	3,22	69,00	81,00

Fatores como espessura da amostra também podem influenciar a propriedade de dureza dos materiais (KAZANJI, WATKINSON, 1988). A ausência de espessura uniforme leva à falta de adesão do material à base de resina acrílica, decomposição química, além da pré-disposição à fratura. Na tentativa de controlar possíveis variáveis indesejáveis, foi utilizada a espessura uniforme de 2,5mm, considerada ideal para utilização na confecção de corpos de prova (SCHIMIDT, SMITH, 1983).

A resistência à flexão e dureza, por conseguinte, são diretamente influenciados pelo modo de processamento do material, que abrange relação polímero/monômero, método e ciclo de polimerização (DARBAR et al, 1994).

Os resultados da medição das durezas (direita, central e esquerda) corpos-de-prova reforçados estudados não apresentaram um aumento significativo em comparação com o grupo controle (SR), isso pode ser devido ao tempo de polimerização na hora da confecção dos corpos-de-prova. Observou-se também, que mesmo ocorrendo uma variação de 7,54, 4,9 e 5,45 entre as médias das durezas direita, central e esquerda respectivamente, não foi apresentado aumento significativo devido à ordem da grandeza dimensional dos valores. Essa observação da grandeza pode ser verificada comparando-se os valores das médias do módulo de elasticidade, 10,75 e da resistência à flexão, 0,92 e, notou-se que quanto menor o valor das médias, menor será o valor para que ocorra uma diferença estatisticamente significativa, devido à grandeza dimensional envolvida. Isso foi observado no estudo de BROSH et al., em 1997 ou até mesmo a inserção do material, segundo DE GEE et al., em 1981.

## **5.6 – ANÁLISE MORFOLÓGICA DA FRATURA**

Após o teste de Impacto, foi escolhido aleatoriamente um corpo-de-prova para cada tipo de reforço e um corpo-de-prova sem reforço.

Segundo Callister Jr (2002) fraturas do tipo frágil apresentam padrões próprios, com ausência de sinais grosseiros de deformação plástica. Contrariamente, fraturas dúcteis apresentam superfície irregular, aparência fibrosa, indicativos de grande deformação plástica. Por sua vez, as fraturas intermediárias apresentam superfícies com regiões lisas e com pequenas alongações, indicando uma situação intermediária ou de transição de deformação plástica. Este termo significa que as falhas apresentam

as características de ambas fraturas (frágil e dúctil), demonstrando que existe uma região de transição de dúctil para frágil e significa que esta transição não ocorre de forma abrupta (REINHARDT et al. 1994).

As análises das fotomicrografias obtidas por microscópio eletrônico de varredura de pressão auto-vácuo demonstraram que as morfologias microestruturais das fraturas frágeis, nos grupos de corpos-de-prova estudados, apresentaram planos cristalográficos bem definidos e altamente organizados e compactados, conforme ilustrado nas figuras 13, 14, 15, 18 e 19.

Para as fraturas intermediárias, os quatro grupos de resinas acrílicas, apresentaram planos cristalográficos definidos, porém com certo grau de desorganização e descompactação, conforme ilustrado nas figuras 16, 17, 20 e 21.

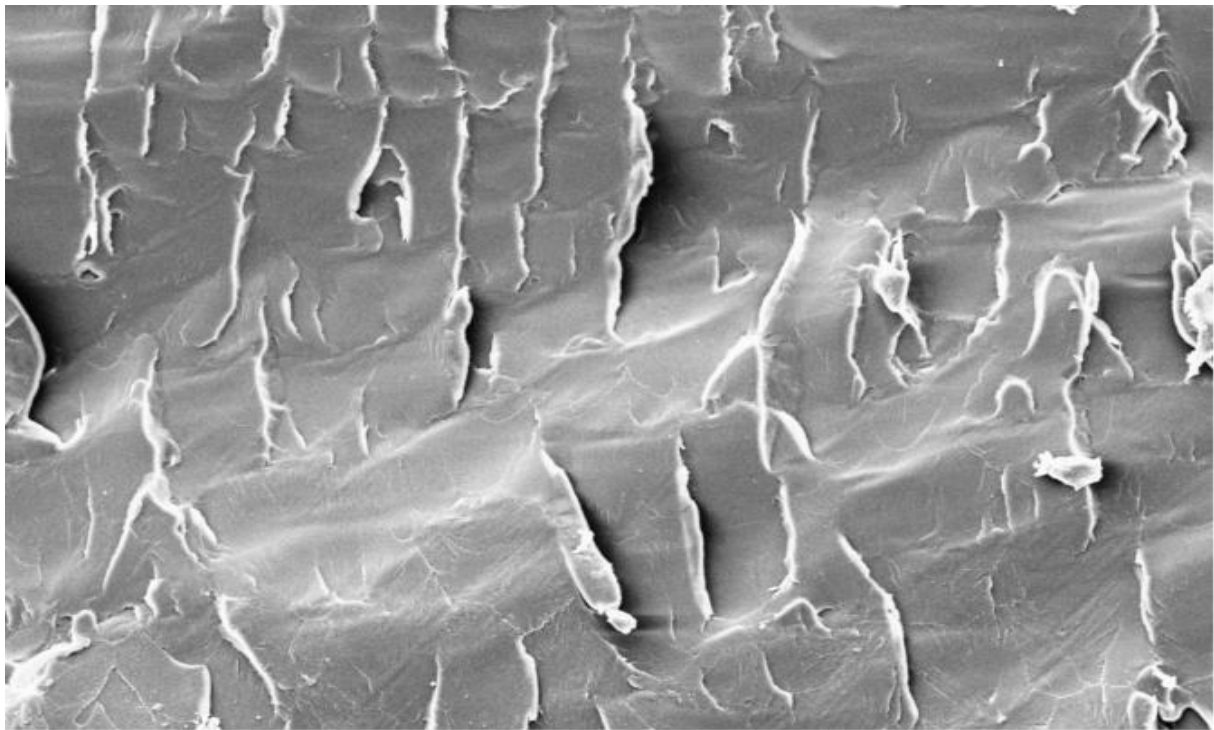
Estudos sobre a morfologia de fraturas são importantes, pois se trata de uma técnica simples de investigação das causas das fraturas das resinas acrílicas, que podem ser detectadas pela identificação do plano de propagação da fenda e, podem ser utilizados para estudos sobre o comportamento de fratura de resinas acrílicas.

Relacionando-se as figuras 14 a 19 com os resultados obtidos nas tabelas 4 e 6 (módulo de elasticidade e resistência à flexão, respectivamente), pode-se constatar que tanto as fraturas frágeis e organizadas (14, 15, 18 e 19) e quanto as intermediárias e desorganizadas (16 e 17) apresentaram resultados significativos estatisticamente, podendo estes resultados estar relacionados aos tipos de tratamento da carga ou até mesmo por as fibras estarem arrançadas em forma de filamentos.

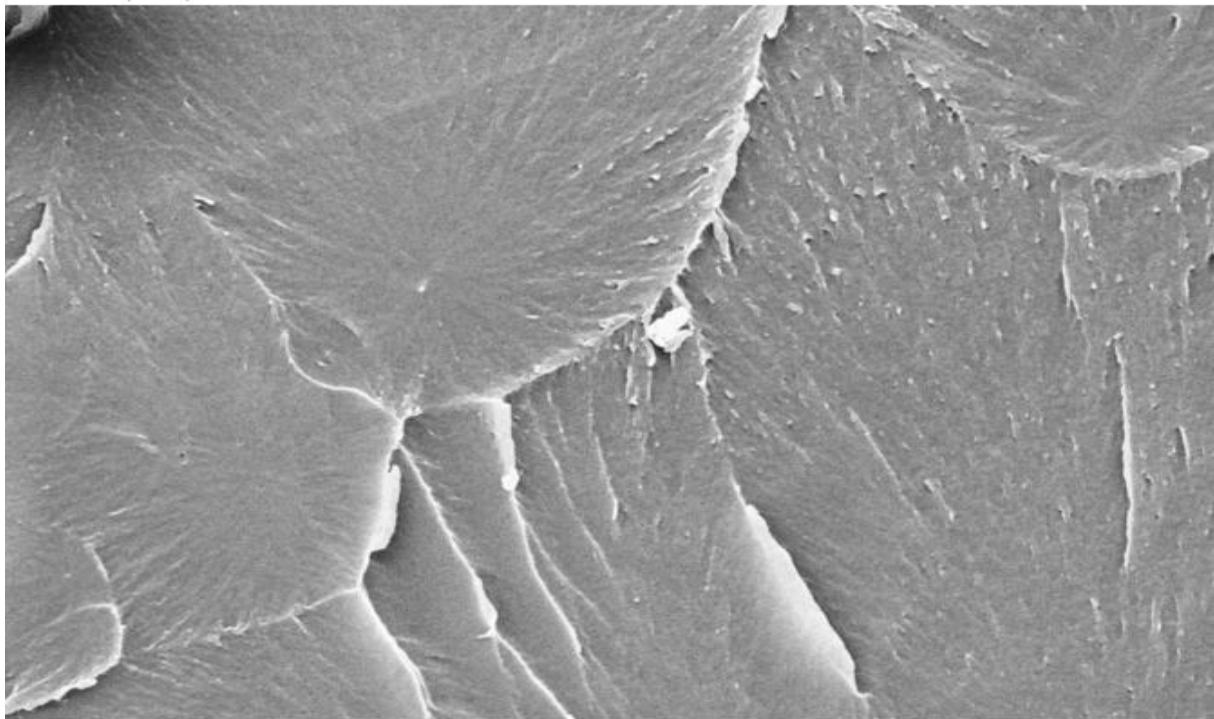
Verificou-se também que os corpos-de-prova referentes às figuras 20 e 21 foram confeccionados com microfibras de vidro e apresentaram os menores resultados estatísticos (tabelas 4 e 6) e menor adesão entre a matriz polimérica e à microfibra de vidro, isso pode ser devido ao tipo de tratamento realizado nas microfibras e bem como a concentração utilizada.

Segundo OTTO (1990) o tratamento da carga com silano é um fator crítico para a união entre a matriz e a carga. Observando-se as imagens 14 a 19, averiguou-se algum efeito positivo de adesão, atribuído à ação de pré-tratamento das fibras (silanização), resultando numa íntima associação das mesmas com a matriz polimérica.

Porém, mesmo as figuras 16, 17, 20 e 21 apresentarem uma melhora estatística significativa em relação ao módulo de elasticidade e a resistência à flexão, observou-se que não houve uma adesão esperada entre a matriz polimérica e o tipo de carga utilizada.

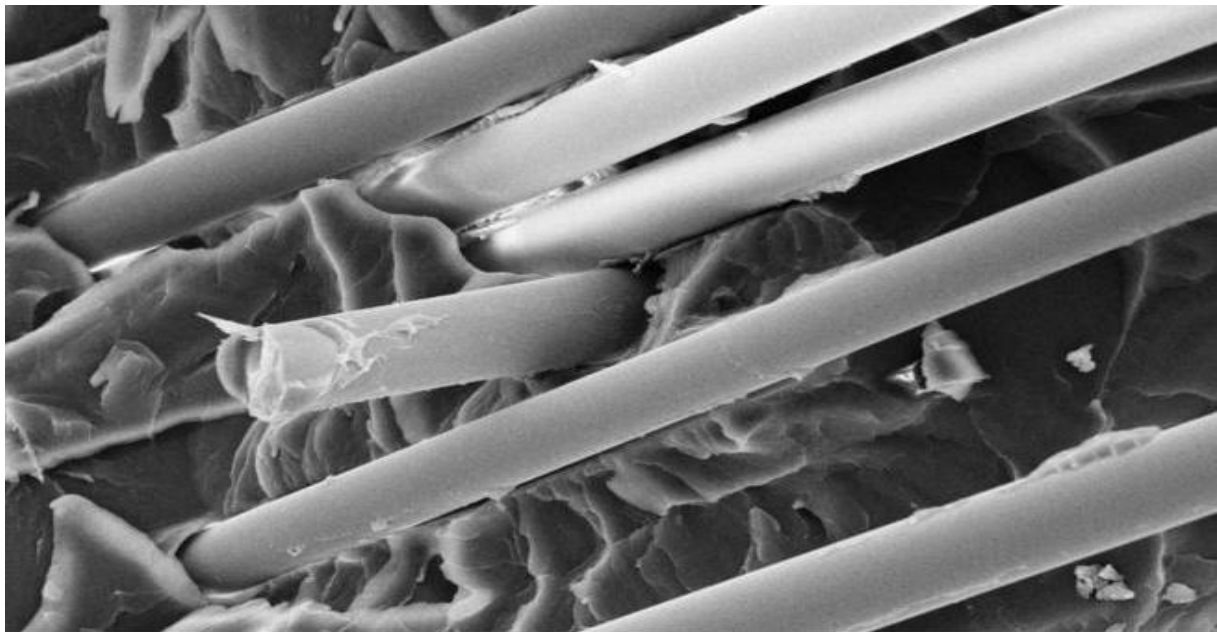


30µm |—| Mag= 500 X Amostra Sem Reforço (SR)

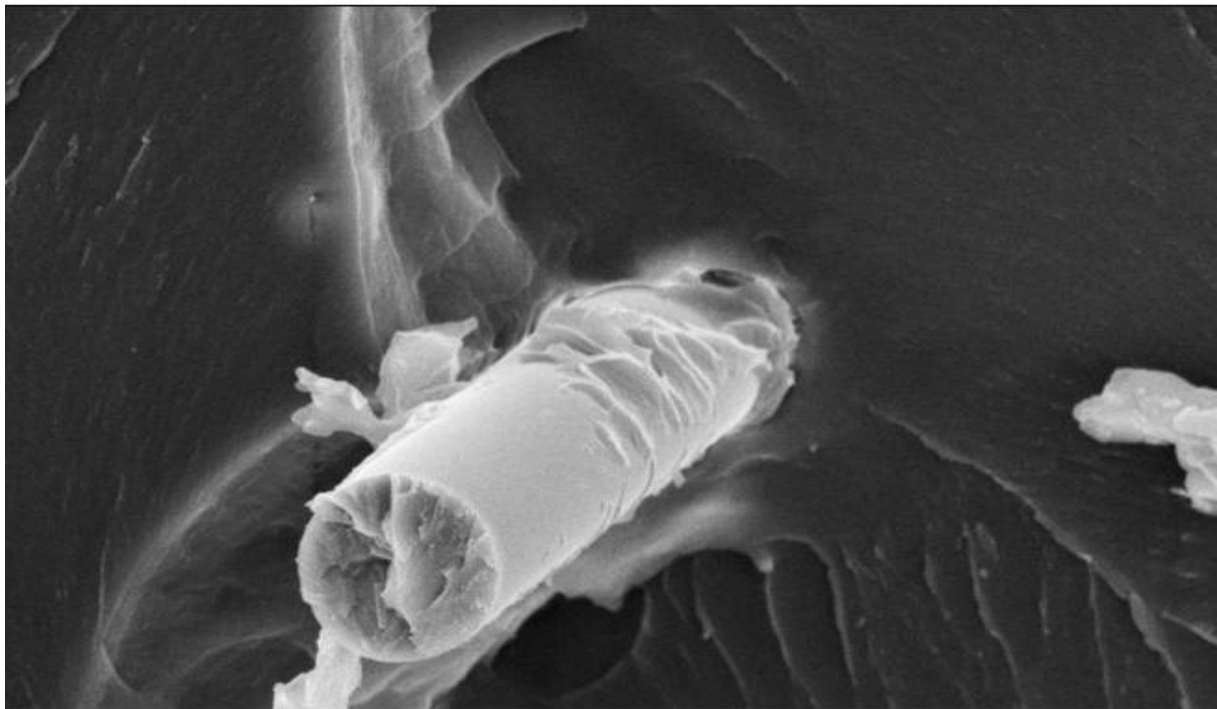


1µm |—| Mag= 5.00 K X Amostra Sem Reforço (SR)

Figura 13 - Fotomicrografia da superfície das fraturas de um corpo-de-prova submetido ao teste de resistência ao impacto (J/m), formulado com resina acrílica a base de polimetilmetacrilato (PMMA), sem reforço (controle).



3µm | Mag= 2.00 K X Amostra P-246 5%



3µm | Mag= 5.00 K X Amostra P-246 5%

Figura 14 – Fotomicrografia da superfície das fraturas de um corpo-de-prova submetido ao teste de resistência ao impacto (J/m), formulado com resina acrílica a base de polimetilmetacrilato (PMMA) e reforçado com fibra de vidro filamentosa de sigla P-246, com concentração de 5%, previamente tratada.



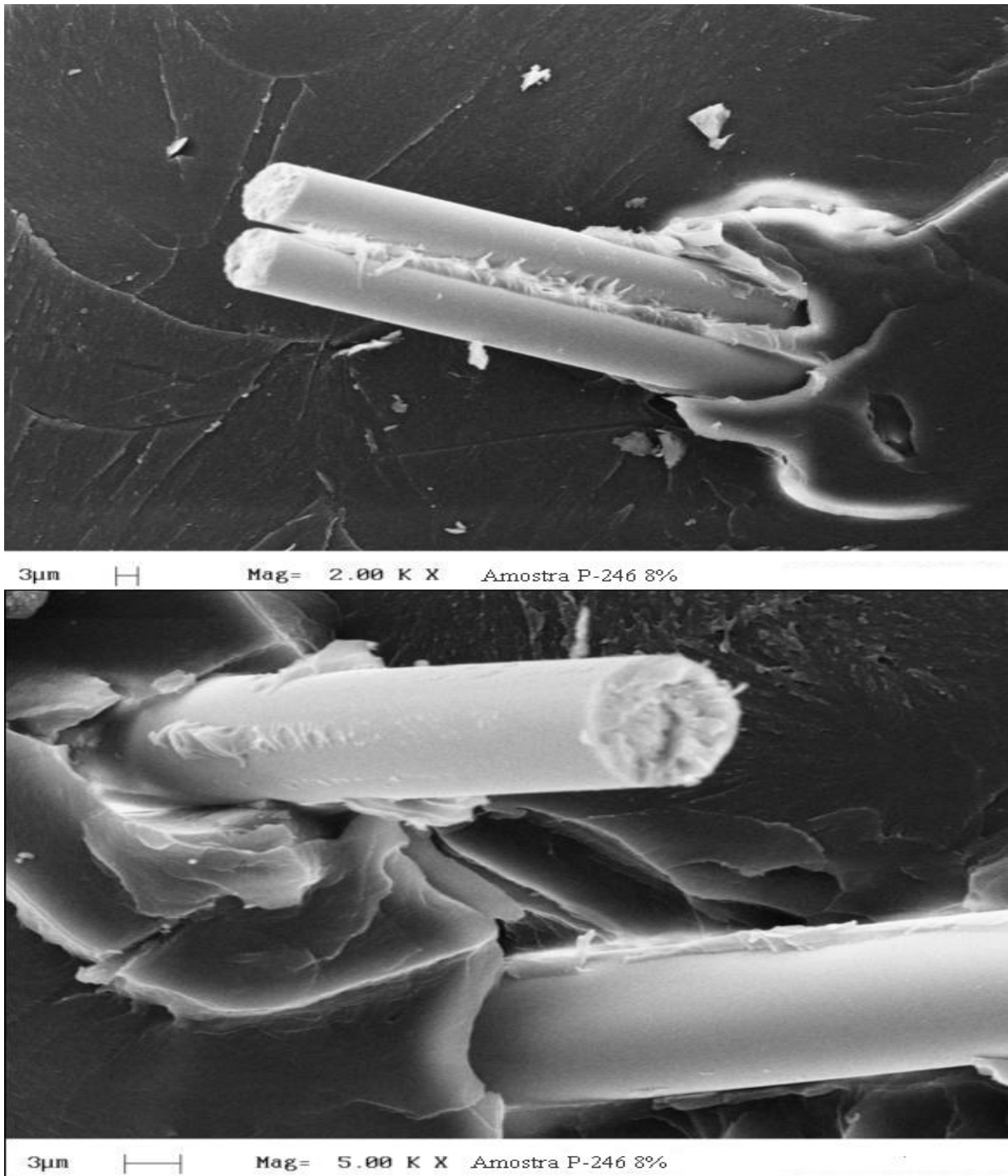
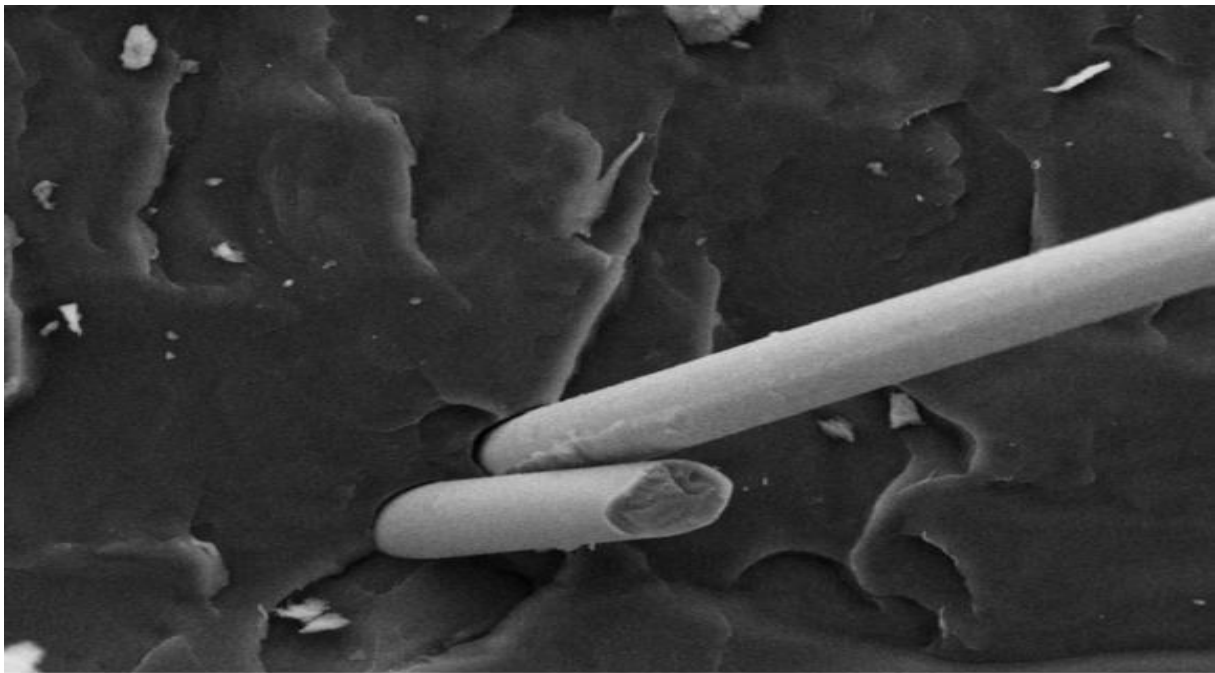
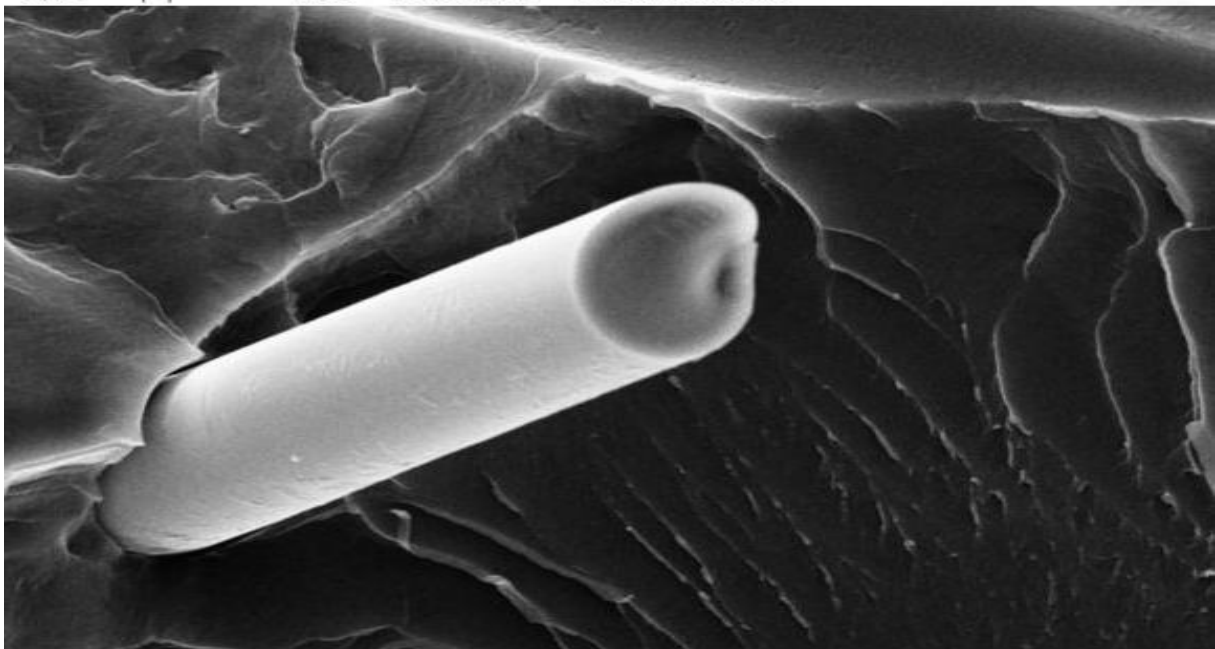


Figura 15 – Fotomicrografia da superfície das fraturas de um corpo-de-prova submetido ao teste de resistência ao impacto (J/m), formulado com resina acrílica a base de polimetilmetacrilato (PMMA) e reforçado com fibra de vidro filamentososa de sigla P-246, com concentração de 8%, previamente tratada.

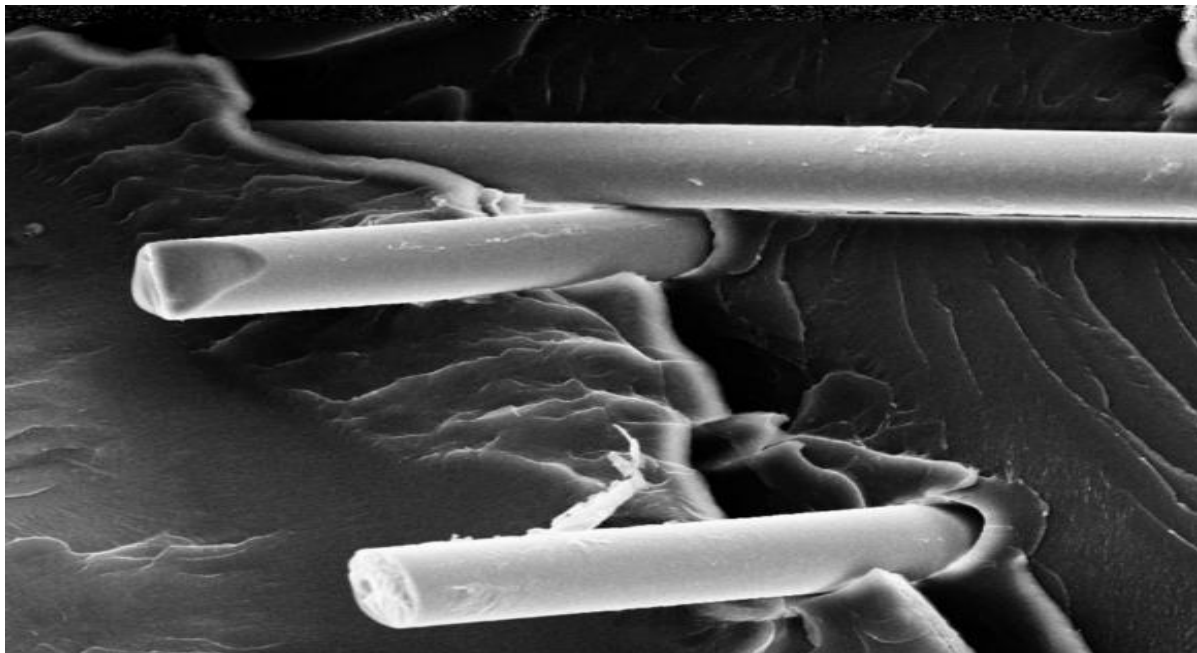


3μm | Mag= 2.00 K X Amostra FSR 5%

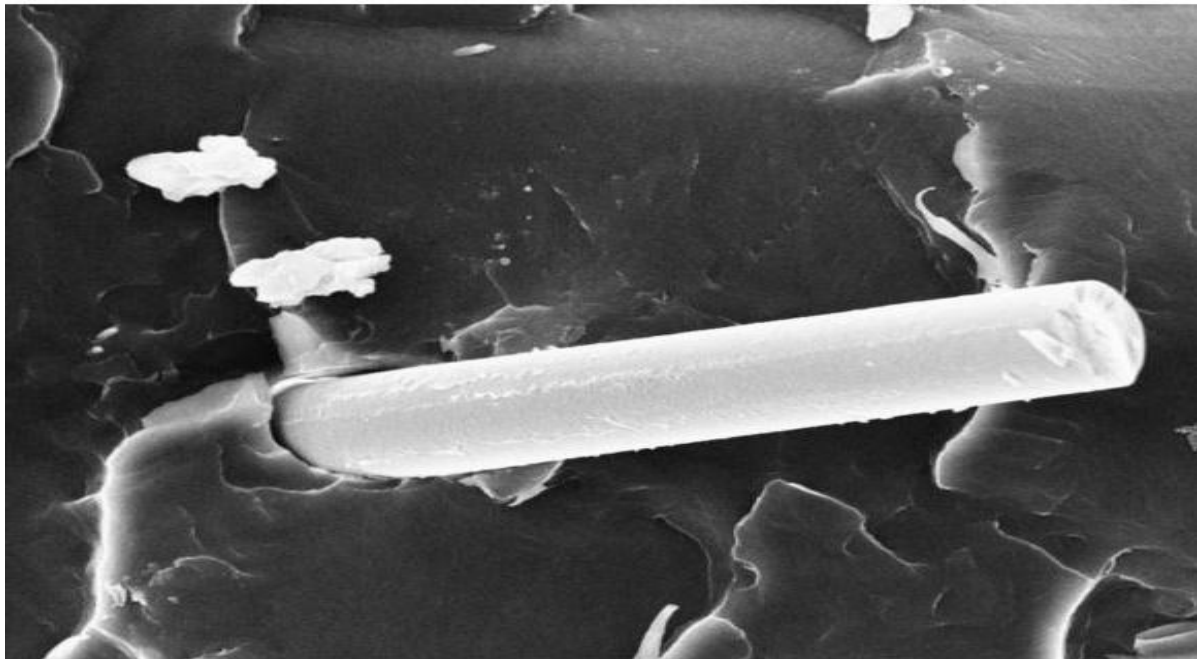


3μm | Mag= 5.00 K X Amostra FSR 5%

Figura 16 – Fotomicrografia da superfície das fraturas de um corpo-de-prova submetido ao teste de resistência ao impacto (J/m), formulado com resina acrílica a base de polimetilmetacrilato (PMMA) e reforçado com fibra de vidro filamentosa de sigla FSR (Fibra de vidro sem referência), com concentração de 5%, previamente tratada.

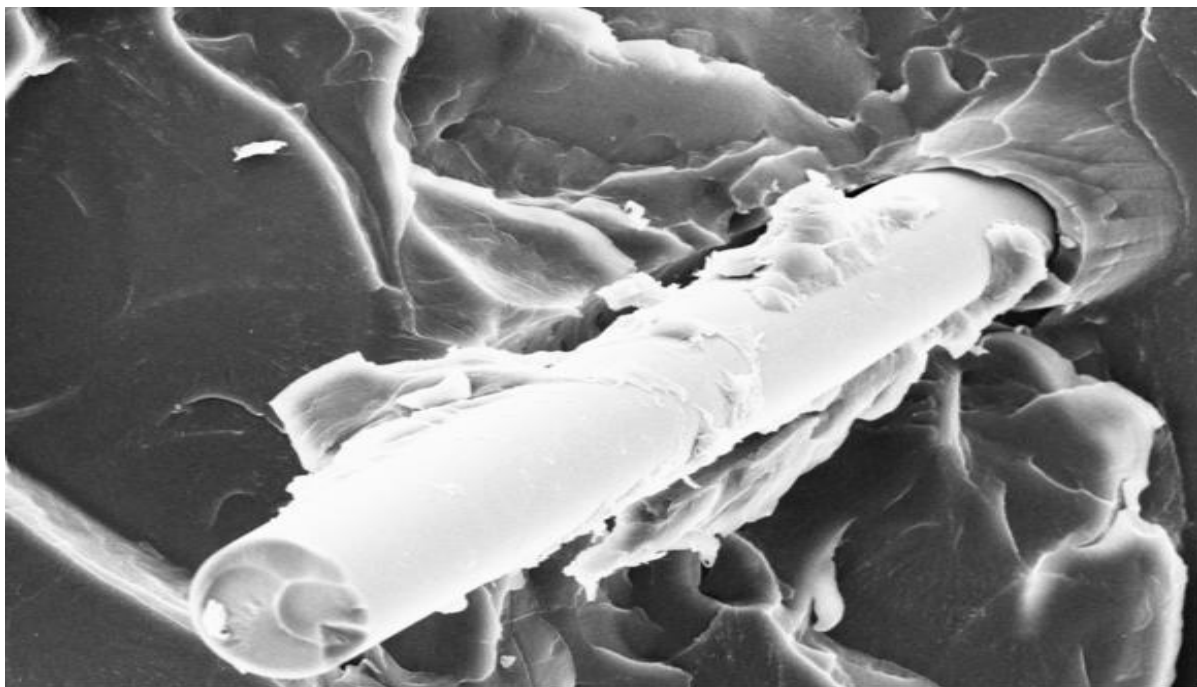


3µm    H    Mag= 2.00 K X    Amostra FSR 5%

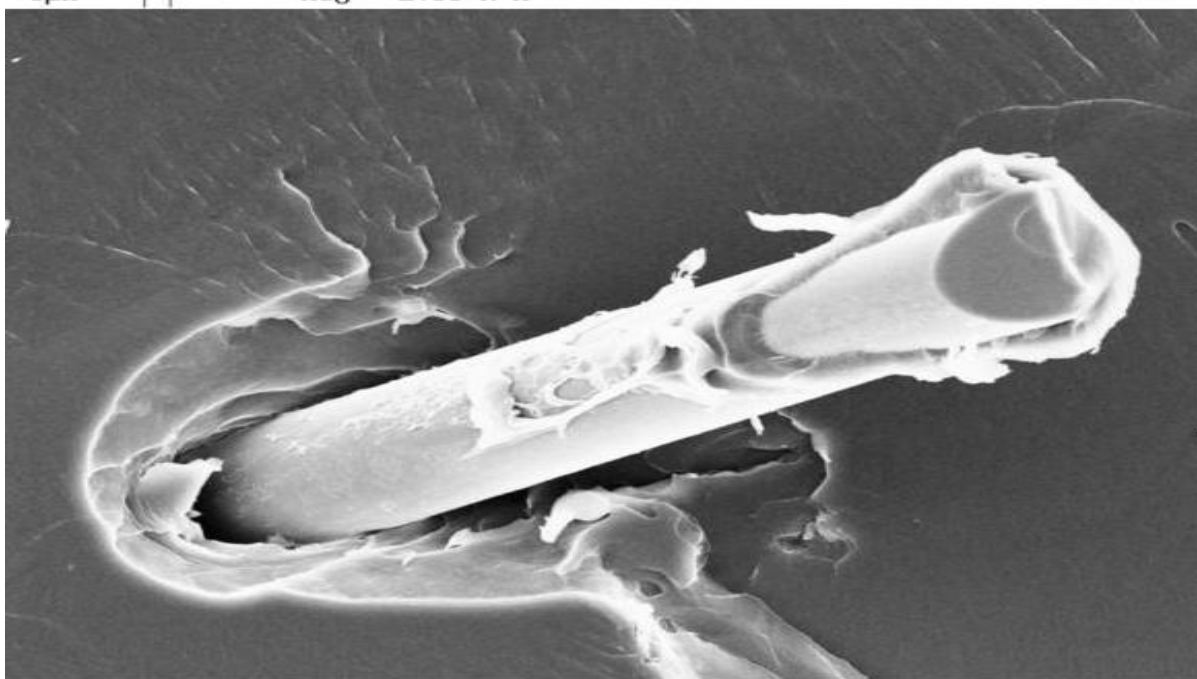


3µm    H    Mag= 3.00 K X    Amostra FSR 5%

Figura 17 – Fotomicrografia da superfície das fraturas de um corpo-de-prova submetido ao teste de resistência ao impacto (J/m), formulado com resina acrílica a base de polimetilmetacrilato (PMMA) e reforçado com fibra de vidro filamentosa de sigla FSR (Fibra de vidro sem referência), com concentração de 8%, previamente tratada.

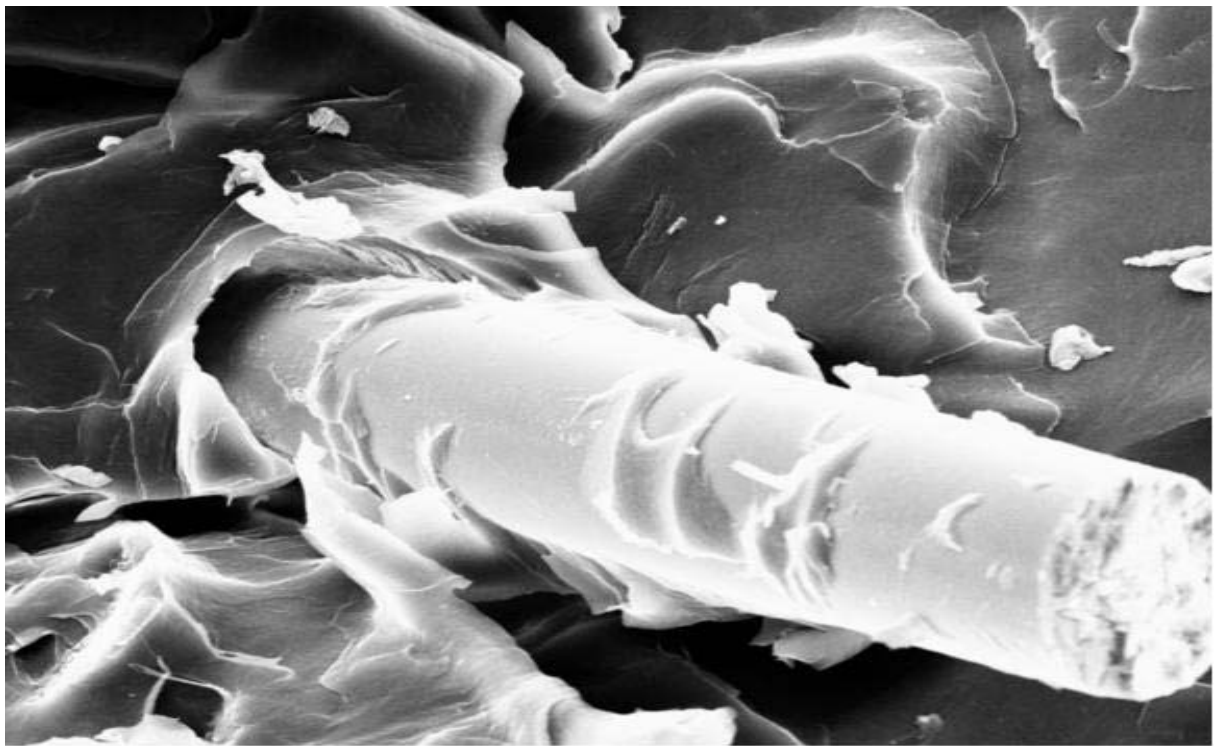


3µm H Mag= 2.00 K X Amostra 688 5%

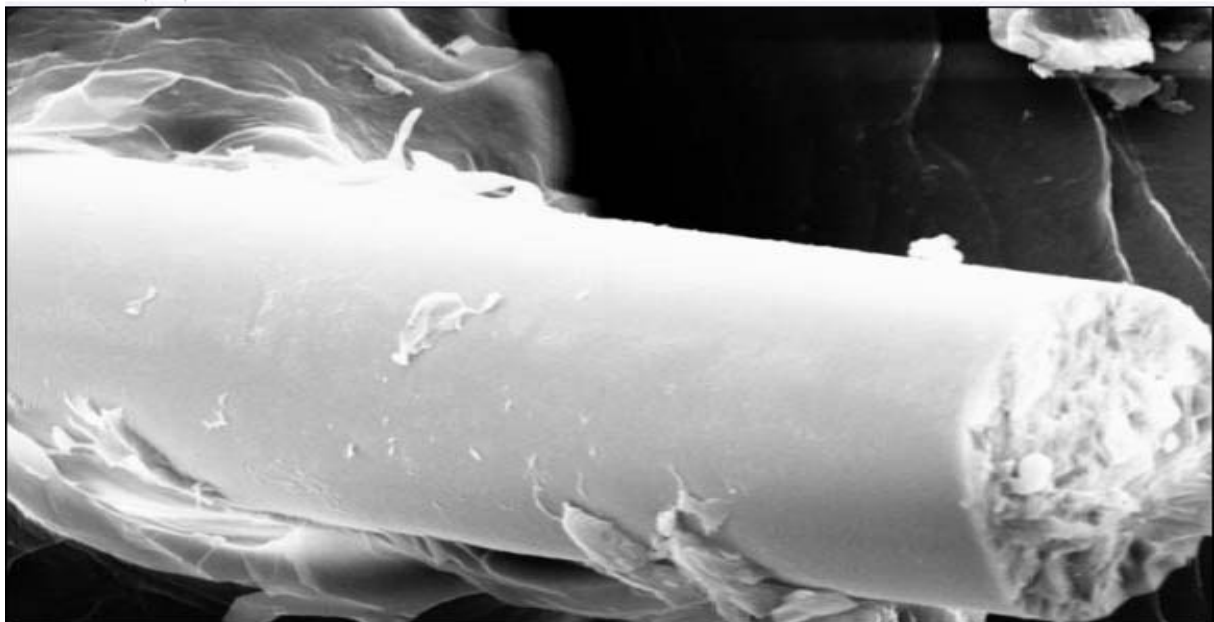


3µm H Mag= 2.00 K X Amostra 688 5%

Figura 18 – Fotomicrografia da superfície das fraturas de um corpo-de-prova submetido ao teste de resistência ao impacto (J/m), formulado com resina acrílica a base de polimetilmetacrilato (PMMA) e reforçado com fibra de vidro filamentosa de sigla 688, com concentração de 5%, previamente tratada.



3µm | Mag= 3.00 K X Amostra 688 8%



3µm | Mag= 5.00 K X Amostra 688 8%

Figura 19 – Fotomicrografia da superfície das fraturas de um corpo-de-prova submetido ao teste de resistência ao impacto (J/m), formulado com resina acrílica a base de polimetilmetacrilato (PMMA) e reforçado com fibra de vidro filamentosa de sigla 688, com concentração de 8%, previamente tratada.



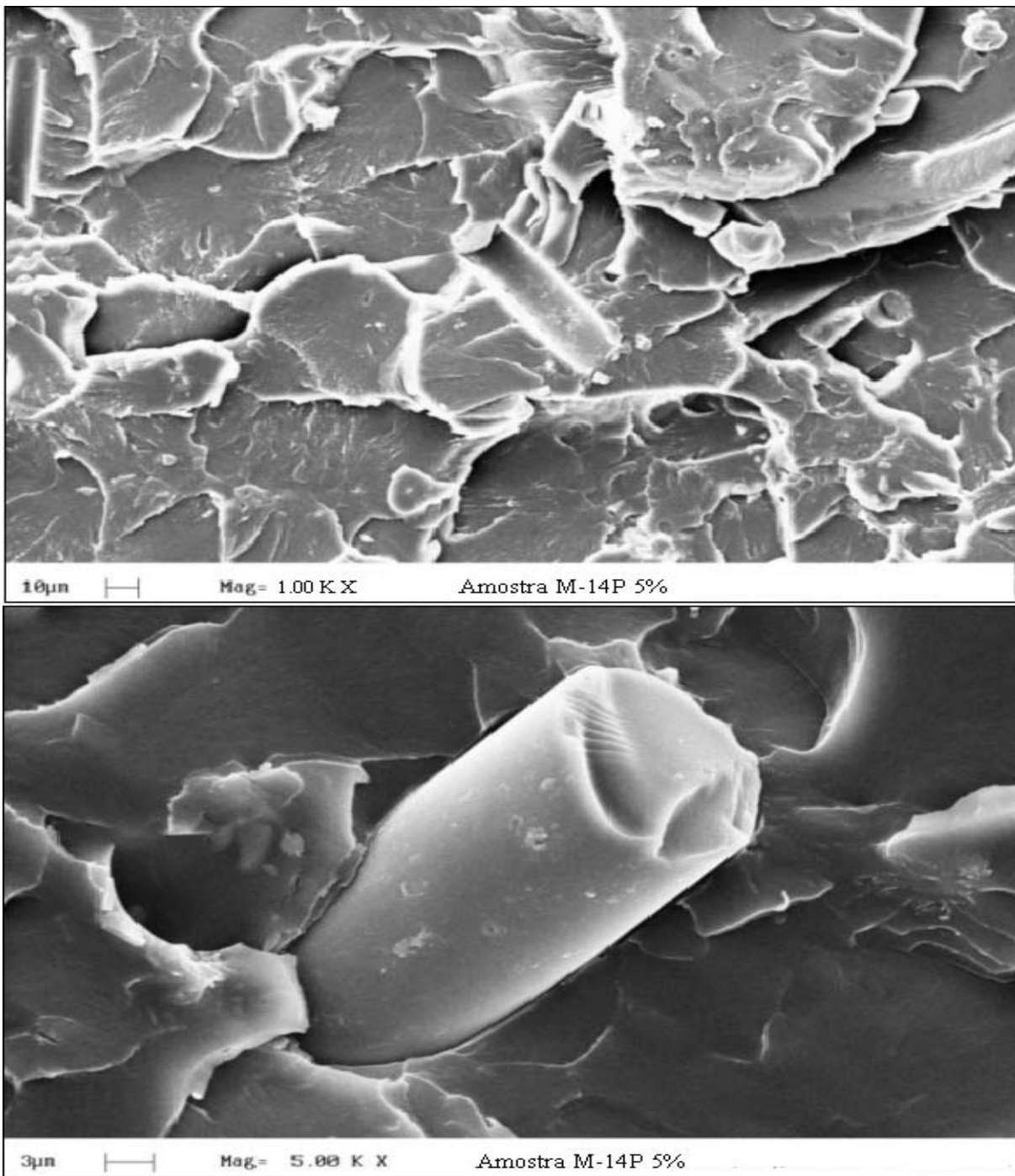


Figura 20 – Fotomicrografia da superfície das fraturas de um corpo-de-prova submetido ao teste de resistência ao impacto (J/m), formulado com resina acrílica a base de polimetilmetacrilato (PMMA) e reforçado com fibra de vidro filamentosa de sigla M-14P, com concentração de 5%, previamente tratada.

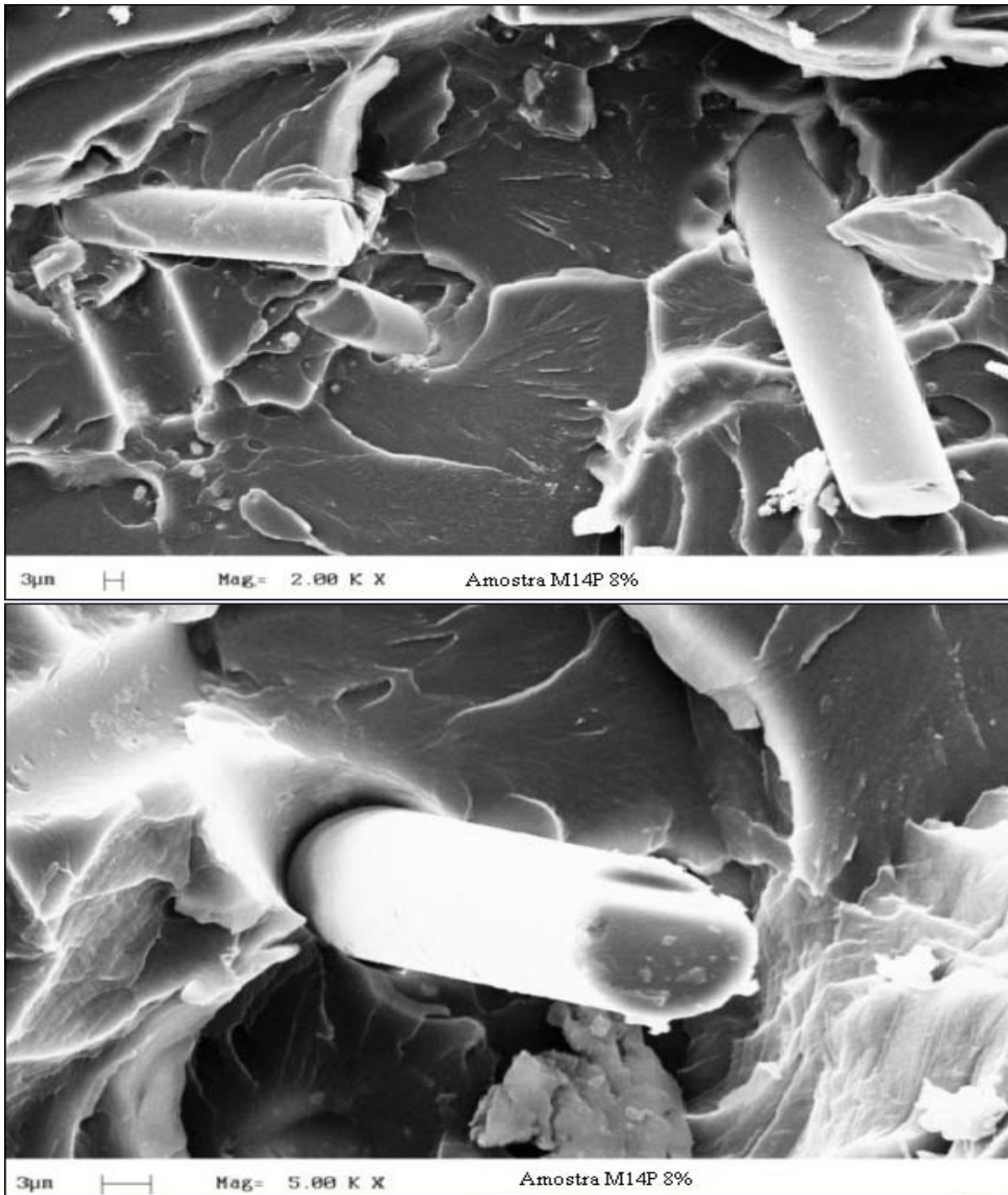


Figura 21 – Fotomicrografia da superfície das fraturas de um corpo-de-prova submetido ao teste de resistência ao impacto (J/m), formulado com resina acrílica a base de polimetilmetacrilato (PMMA) e reforçado com fibra de vidro filamentosa de sigla M-14P, com concentração de 8%, previamente tratada.

## 6 – CONCLUSÃO

A partir dos resultados apresentados conclui-se que:

- não houveram diferenças estatisticamente significantes para a Resistência ao Impacto e nem para a Durezas Direita, Centro e Esquerda quando comparados os corpos de prova do grupo controle (SR) com os corpos de prova reforçados com P246 5%, P246 8%, FSR 5%, FSR 8%, 688 5%, 688 8%, M14P 5% e M14P 8%, possivelmente influenciados pela presença de monômero residual ou até mesmo pela presença de silano resultante da silanização ocorrida nas fibras de vidro, ocorrendo assim, uma camada interfacial no corpo de prova. Outro fator importante e que pode ter influenciado no resultado do impacto e da dureza foi a presença do etilenoglicol na resina Vipi Wave, tendo possivelmente formado ligações cruzadas responsáveis pela absorção da energia no momento do impacto e da medição da dureza.

- para o Módulo de Elasticidade e para a Resistência à Flexão foi observado aumento estatisticamente significativo entre os corpos de prova reforçados e o grupo controle (SR), podendo afirmar que houve uma eficiente adesão entre as fibras de vidro e a matriz polimérica para os corpos-de-prova (14 ao 19), podendo-se confirmar através dos resultados estatísticos que essa adesão polimérica favoreceu ao aumento da resistência à flexão e do módulo de elasticidade dos corpos-de-prova reforçados com (P246 5% e 8%, 688 5 e 8%) em comparação aos corpos-de-prova sem reforço (SR).



## 7 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANTONUCCI, J. M., DICKENS, S., FOWLER, B. O., XU, H. H. K., McDONOUGH, W. G. Chemistry of silanes: Interfaces in dental polymers and composites. Disponível em <<http://polymers.msel.nist.gov/uploads/antonucci0803.pdf>>. Acesso em: 22 de nov. de 2005.

ANUSAVICE, K. J. Materiais Dentários. 10<sup>a</sup> ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998. 4 p.

ANUSAVICE, K. J. Mechanical properties of materials. In: Phillip's Science of Dental Materials, 11<sup>th</sup> ed. Philadelphia: WB Saunders, 2003.

AZZARI, M. J., CORTIZO, M. S., ALESSANDRINI, J. L. Effect of the curing conditions on the properties of an acrylic denture base resin microwave-polymerised. La Plata: Journal Dentistry, 2003. v. 31, p. 463-468.

BASTOS, L. G. C. Avaliação da resistência flexional, do módulo de elasticidade e do tipo de fratura de uma resina acrílica. BAURU: Faculdade de Odontologia de Bauru – UNESP, 2003. f.131.

BELVEDERE, P. C. Single-sitting, fiber-reinforced fixed bridges for the missing lateral or central incisors in adolescent patients. Philadelphia: Dental Clinics of North America, 1998. v. 42, n. 5, p. 665 - 682.

BEUN, S., GLORIEUX, T., DEVAUX, J., VREVEN, J., LELOUP, G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. Brussels: Dental Material, 2007. v. 23, n. 2, p. 51-59.

BEYLI, M. S; VonFRAUNHOFER, J. A. An analysis of causes of fracture of acrylic resin dentures. St Louis: Journal of Prosthetic Dentistry, 1981. v. 46, n. 3, p. 238-240.

COOPER, G. A. The structure mechanical properties of posterior composite materials. Brussels: Journal of Dental Research, 1998. v. 181, n. 77, p. 203.

BRISTON, J. H., MILES, D. C. Tecnologia de Polímeros. São Paulo: Polígono, 1975.

BROSH, T., BAHARAU, H., GROSS, O., LAUFER, B. Z. The influence of surface loading and irradiation time during curing on mechanical properties of a composite. New York: Journal of Prosthetic Dentistry, 1997. v. 77, n. 6, p. 573-577.

BUTTERWORTH, C., ELLAKWA, A. E., SHORTALL, A. Fibre-reinforced composites in restorative dentistry. London: Dentistry, 2003. v.30, n. 12, p. 300-306.

CALLISTER, W. D. Jr. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. 5<sup>ed</sup>. Rio de Janeiro: LTC; 2002.

CAYCIK, S., JAGGER, R. G. The effect of cross-linking chain length on mechanical properties of a dough-molded poly(methylmethacrylate) resin. Dental Material 1992. v. 8, n.3, p. 153-7.

CRAIG, G. R., POWERS, J. M. Materiais dentários restauradores. São Paulo: Santos, 2004.

CRAIG, R. G. Materiais Dentários: propriedades e manipulação. 7<sup>a</sup> ed. Saint Louis: Mosby, 2002. cap.13, p. 257-81.

DARBAR, U. R., HUGGETT, R., HARRISON, A. Denture fracture — a survey. Londres: British Dental Journal, 1991. v. 176, n. 56, p. 342-5.

DAUVILLIER, B. S., FEILZER, A. J., DE GEE, A. J., DAVIDSON, C. L., Visco-elastic parameters of dental restorative materials during setting. Amsterdam: Journal of Dental Research, 2000. v. 79, n. 13, p. 818- 23.

DAVIS, D. M., PACKER, M. E., WATSON, R. M. Maintenance requirements of implant-supported fixed prostheses opposed by implant-supported fixed prostheses, natural teeth, or complete dentures: a 5-year retrospective study. London: International Journal of Prosthodontics, 2003. v. 16, n. 4, p. 521-3.

DE CLERCK J. P. Microwave polymerization of acrylic resins used in dental prostheses. Bruxelles: The Journal of Prosthetic Dentistry, 1987. v. 57, n. 6, p. 650-58.

DE GEE, A. J., DAVIDSON, A., SMITH A. A. Modified dilatometer of continuous recording of volumetric polymerization shrinkage of composite restorative materials. London: Journal of Dental, 1981. v. 9, n. 3, p. 36-42.

DEBNATH, S., WUNDER, S. L., Mc COOL, J. I., BARAN, G. R. Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths. Philadelphia: Dental Materials, 2003. v.19, n.5, p. 445-448.

DEGUSSA. Sistema compósito de reforço. São Paulo, Abr. 2006. Disponível em <<http://www.degussa-cc.com.br/pdf/produto/mbrace.pdf>>. Acesso em: 16 de abr. de 2006.

DEL BEL CURY A. A, RACHED R. N, GANZAROLLI S. M. Microwave-cured acrylic resins and silicone - gypsum molding technique. Piracicaba: Journal of Oral Rehabilitation, 2001. v. 28, n. 3, p. 433-8.

DENTAL PRACTICE BOARD ANNUAL REPORT. Trabalhos sobre vidros. Santa Catarina, Ago. 2005. Disponível em <[http://www.arq.ufsc.br/~labcon/arq5661/trabalhos\\_2001-2/vidro/.pdf](http://www.arq.ufsc.br/~labcon/arq5661/trabalhos_2001-2/vidro/.pdf)>. Acesso em: 02 de ago. de 2005.

DSEBRASIL. Acrílicos. Barueri, Mar. 2007. Disponível em <[http://www.dsebrasil.com.br/acrilico\\_dse.htm](http://www.dsebrasil.com.br/acrilico_dse.htm)>. Acesso em: 18 de mar. de 2007.

DUNCAN, J. P., NAZAROVA, E., VOGIATZI, T., TAYLOR, T. D. Prosthodontic complications in a prospective clinical trial of single-stage implants at 36 months. Connecticut: International Journal of Oral & Maxillofacial Implants, 2003. v. 18, n. 2, p. 561-5.

DUPONT. Plastics. Washington, Aug. 2008. Disponível em <[http://www2.dupont.com/Plastics/em\\_US/Uses\\_Applications](http://www2.dupont.com/Plastics/em_US/Uses_Applications)>. Acesso em: 02 de aug. de 2008.

ELLAKWA, A. E, SHORTALL, A. C., MARQUIS, P. Influence of veneering Composite Composition on the Efficacy of Fiber-Reinforced Restorations (FRR). Queensway: Operative Dentistry, 2001. v. 26, n. 5, p. 467-475.

ERICKSON, P. W., PLUEDDEMANN, E. P., CHAMIS, C. C. Interfaces in polymer matrix composites. In: BROUTMAN, L. J., KROCK, R. H (Ed.). Composite materials. New York: Academic, 1974. v. 6, n. 3, p. 2-74.

FELIPPE, L. A., BARATIERI, L. N., MONTEIRO JÚNIOR, S., ANDRADA, M. A. C., VIEIRA, L. C. C. Fibras de reforço para uso odontológico – Fundamentos e aplicações clínicas. Ponta Grossa: Revista da Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas, 2001. v. 55, n.14, p. 4.

FOLKMAN, J. How the field of controlled-release technology began, and its central role in the development of angiogenesis research. Boston: Biomaterials, 1990. v.11, n.4, p. 615-618.

GUEDES, T. A. Projeto de Ensino: Aprendendo Fazer Estatística. Maringá: Universidade Estadual de Maringá, 2008.

GELEST. Silane Coupling Agents: Connecting Across Boundaries. Morrisville, June 2005. Disponível em <<http://www.gelest.com/company/pdfs/couplingagents.pdf>>. Acesso em: 14 de June de 2005.

GIORDANO II, R. Fiber reinforced composite resin systems. Boston: General Dentistry, 2000. p. 244- 250.

GOLDBERG, A. J., BURSTONE, C. J. The use of continuous fiber reinforcement in dentistry. Copenhagen: Dental Materials Journal, 1992. v. 8, n. 2, p. 197-202.

GOMES, J. C., SILVA, A. O., GOMES, O. M. M. Evaluation of flexural strength of unidirectional fiberglass system IADR/AADR/CADR 83<sup>rd</sup>. Piracicaba: General Session, 2005. p. 9-12.

GRANT, A. A., GREENER, E. H. Whisker reinforcement of polymethylmetacrylate denture base resin. Sidney: Australian Dental Journal, 1967. p. 29-33.

GUTTERIDGE, D. L. The effect of including ultra-high modulus polyethylene fiber on the impact strength of acrylic resin. Londres: British Dental Journal, 1998. v.164, n. 43, p. 164-77.

HARGREAVES, A. S. The prevalence of fractured dentures. Londres: British Dental Journal, 1969. v. 126, n. 7, p. 451-5.

HAYDEN, W. J. Flexural strength of microwave-cured denture baseplates. North Carolina: General Dentistry. 1986. v. 34, n. 2, p. 367-71.

HENCH, L. L., DOILLON, C. An introduction to bioceramics. Londres: Singapore, World Scientific, p. 386, 1993.

HENRY, P. J., BISHOP, B. M., PURT, R. M. Fiber-reinforced plastics for interim restorations. Chicago: Quintessence of Dental Technology – Yearbook, 1990/1991. p. 110-123.

HIRATA, R., PACHECO, J. F. M., AROUCA, S. E., FERRAREZI, M. Análise das variadas fibras de reforço presentes no mercado por meio de suas propriedades, composições e aplicáveis clínicas: revisão. *Jornal Brasileiro de Clinica Odontologia Integrada*, 2003. v. 7, n. 40, p. 307-312.

HOGAN, P. F., MORI, T. Development of a method of continuous temperature measurement for microwave denture processing. *Papua: Dental Materials*. , 1990. v. 9, n. 20, p. 1-11.

JACOB, J., SHIVAPUTRAPPA, A. G., ILA, S. Flexural strength of heat-polymerized polymethyl methacrylate denture resin reinforced with glass, aramid, or nylon fibers. Saint Louis: *Journal of Prosthetic Dentistry*, 2001. v. 86, n. 4, p. 424-7,

JAGGER, D., HARRISON, A., JAGGER, R., MILWARD, E. P. The effect of the addition of poly (methyl methacrylate) fibres on some properties of high strength heat-cured acrylic resin denture base material. Londres: *Journal of Oral Rehabilitation*, 2003. v. 30, n.3, p. 231-5.

JAGGER, D., HARRISON, A., VOWLES, R., JAGGER, E. R. The effect of the addition of surface treated chopped and continuous poly (methyl methacrylate) fibres on some properties of acrylic resin. Londres: *Journal of Oral Rehabilitation*, 2001. v. 28, n. 2, p. 865-72.

JOHN, J., GADADHAR, S. A., SHAH, I. Flexural strength of heat – polymerized polymethyl methacrylate denture resin reinforced with glass, aramid, or nylon fibers. St. Louis: *Journal of Prosthetic Dentistry*, 2001. v. 86, n. 4, p. 424-427.

JOHNSTON, E. P., NICHOLLS, J. L., SMITH, D. E. Flexural fatigue of 10 commonly used denture base resins. Saint Louis: Journal of Prosthetic Dentistry, 1981. v.46, n. 2, p. 478-83.

KARMAKER, A., PRASAD, A. Effect of design parameters on the flexural properties of fiber-reinforced composites. Chicago: Journal of Materials Science Letters, 2000. v.19, n. 1, p. 663-665.

KAZANJI, M. N. M., WATKINSON, A. C. Influence of thickness, boxing, and storage on the softness of resilient denture lining material. Bristol: Journal of Prosthetic Dentistry, 1988. v. 59, n. 3, p. 677-80.

KIMURA, H., TERAOKA, F., OHNISHI, H., SAITO, T., MANABU, Y. Applications of microwave for dental technique. Inn: Dough-forming and curing of acrylic resins. Nagoya: Journal of Osaka University Dental Society, 1983. v. 23, n. 4, p. 43-9.

LAMBRECHT, J. R., KYDD, W. L. A functional stress analysis of the maxillary complete denture base. Saint Louis: Journal of Prosthetic Dentistry, 1962. v.12, n. 2, p. 865-72.

LEVIN, B, SANDERS, J. L., REITZ, P. V. The use of microwave energy for processing acrylic resins. Los Angeles: Journal of Prosthetic Dentistry, 1989. v. 61, n. 3, p. 381-3.

MAKILA, E., HONKA, O. Clinical study of a heat-cured silicone soft lining material. Londres: Journal of Oral Rehabilitation, 1979. v. 6, n. 2, p. 199-204.

MANLEY, T. R., BOWMAN, A. J., COOK, M. Denture bases reinforced with carbon fibres. Londres: British Dental Journal, 1979. v. 146, n. 8, p. 25.

MEIERS, J. C., DUNCAN, J. P., FREILICH, M. A., GOLDBERG, A. J. Preimpregnated, fiber-reinforced prostheses. Part 2. Direct applications: Splints and fixed partial dentures. Arizona: Quintessence International, 1998. v. 29, n. 12, p. 761-768.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. Ministério elabora diagnóstico da saúde bucal. Brasília, Jul. 2003. Disponível em: <[http://portalweb02.saude.gov.br/saude/aplicacoes/noticias/noticias\\_detalhe.cfm?co\\_seq\\_noticia=5512](http://portalweb02.saude.gov.br/saude/aplicacoes/noticias/noticias_detalhe.cfm?co_seq_noticia=5512)>. Acesso em: 25 de jul. de 2003.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. Programa de Saúde do Idoso. Brasília, Jul. 2002. Disponível em: <http://www.saude.gov.br/programas/idoso/resprog.html>. Acesso em: 29 de jul. de 2002.

NIHEI, T., KURATA, S., KONDO, Y., UMEMOTO, K., YOSHIRO, N., TERANAKA, T. Enhanced hydrolytic stability of dental composites by use of fluoroalkyltrimethoxysilanes. Tokyo: Journal of Dental Research, 2002. v.81, n.7, p. 482-486.

NISHI, M. Studies on the curing of denture base resins with microwave irradiation: with particular reference to het-curing resins. Hiroshima: Journal of Osaka University Dental Society, 1968. v. 2, n. 1, p. 23-40.

OTT, G. Composition and development of dental composites. London: Ivoclar-Vivadent. Report, 1990. v. 77, n. 5, p. 20.

PARK, J. Biomaterials Science and Engineering, New York: Plenum Press, 1984. p. 171-192.

PLUEDDEMANN, E. P. Silane coupling agents. New York: Plenum Press, 1991. p. 79-151.

POLYMERS. Chemistry of Silanes: Interfaces in dental polymers and composites. Gaithersburg, Nov. 2005. Disponível em <<http://polymers.msel.nist.gov/uploads/antonucci0803pdf>>. Acesso em: 22 de nov. de 2005.



POLYZOIS, G. L., TARANTILI, P. A., FRANGOU, M. J., Andreopolos A.G. Fracture force, deflection at fracture, and toughness of repaired denture resin subjected to microwave polymerization or reinforced with wire or glass fiber. Athens: The Journal of Prosthetic Dentistry, 2001. v. 86, n. 3, p. 613-9.

POWELL, D. B., NICHOLLS, J. I., YUODELIS, R. A., STRYGLER, H. A. A comparison of wire – and kevlar – reinforced provisional restorations. Lombard: International Journal of Prosthodontics. 1994. v. 7, n. 1, p. 81- 89.

RATNER, B. B. Bioamterials Science – An Introduction to Materials in Medicine, San Diego: p. 94-105, 1996.

REINHARDT, J. W., BOYER, D. B., STEPHENS, N. H. Effects of secondary curing on indirect posterior composite resins. Iowa City: Operative Dentistry, 1994., v. 19, n. 6, p. 217-20.

ROCHA, S. S., ADABO, G. L., FONSECA, R. G. Flexural strength of direct composite submitted to post-polymerization heat. Araraquara: Revista Odonto Ciência, 2006. v. 8, n. 3-9, p. 19-25.

RODRIGUES FILHO, L. E., BURGER, L. A., KENSHIMA, S., BAUER, J. R., MEDEIROS, I. S., MUENCH, A. Effect of light–activation methods and water storage of the flexural strength of two composite resin and a compomer. São Paulo: Brazilian Oral Research, 2006. v. 20, n. 2, p. 143-47.

RODRIGUES, J. R. S. A., ADALBERTO, S., ZANCHI, C. H., CARVALHO, RODRIGO, V., DEMARCO, F. F. Flexural strength and modulus of elasticity of different types of resin-based composites. Pelotas: Brazilian Oral Research, 2007. v. 21, n. 1, p. 16-21.

RUEGGEBERG, F. A. From vulcanite to vinyl, a history of resins in restorative dentistry. New York: Journal of Prosthetic Dentistry, 2002. v. 87, n. 3, p. 364 - 79.

SANDERS, J. L., LEVIN, B., REITZ, P. V. Comparison of the adaptation of acrylic resin cured by microwave energy and conventional water bath. California: Quintessence International, 1991. v. 22, n. 2, p.181-186.

SCHMIDT, W. F., SMITH, D. E. A six - year retrospective study of Molloplast-B-lined dentures. Part II: Liner serviceability. Maryland: Journal of Prosthetic Dentistry 1983. v. 50, n. 2, p. 459-65.

SILVER, F., DOILLON, C. Biocompatibility, interations and implantable materials. New York: VCH, 1989. v. 1, n. 1, p. 1-76.

SINHORETI, M. A. C., SALVIO, L.A., CONSANI, S., CORRER SOBRINHO, L., CANGIANI, M. B. Flexural strength evaluation of direct restorative materials. Piracicaba: Journal of Bioscience, 2000. v. 16, n. 1, p. 53-62.

TAKAMATA, T., SETCOS, J. C., PHILLIPS, R. W., BOONE, M. E.. Adaptation of acrylic resin dentures as influenced by the activation mode of polymerization. Shiojiri: Journal of the American Dental Association, 1989. v.19, n. 4, p. 271-6.

TAKESHIGE, F ., KAWAKAMI, Y ., HAYASHI, M ., EBISU, S . Fatigue behavior of resin composites in aqueous environments. Osaka: Dental Materials, 2007. v. 23, n.7, p. 893-99.

TEZVERGIL, A, LASSILA, L V. J., VALLITTU, P. K. The effect of fiber orientation on the thermal expansion coefficients of fiber-reinforced composites. Turku: Dental Materials, 2003. v.19, n. 7, p. 471-477.

TURSSI, C. P., FERRACANE, J. L., FERRACANE, L. L. Wear and fatigue behavior of nano-structured dental resin composites. Piracicaba: Journal of Biomedical Materials Research, 2007. v. 78, n. 1, p. 196-203.

VALLITTU, P. K. Glass fiber reinforcement in repaired acrylic resin removable dentures: preliminary results of a clinical study. *Tykistokatu: Quintessence International*, 1997. v. 28, n. 1, p. 39-44.

VALLITTU, P. K. Flexural properties of acrylic resin polymers reinforced with unidirectional and woven glass fibers. *Tykistokatu: The Journal of Prosthetic Dentistry*, 1999. v. 81, n. 3, p. 318-26.

VALLITTU, P. K., SEVELIUS, C. Resin-bonded, glass fiber-reinforced composite fixed partial dentures: A clinical study. *Tykistokatu: The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2000. v. 84, n. 5, p. 413-18.

VETROTEX. Filamentos de vidro. São Paulo, Nov. 2005. Disponível em <<http://www.vetrotex.com.br/portugues/gstrand.html>>. Acesso em: 22 de nov. de 2005.

VIDROS. O Vidro. Capivari, Abr. 2006. Disponível em <[http://www.saint-gobain-vidros.com.br/vidros/frame\\_prod\\_fibra.htm](http://www.saint-gobain-vidros.com.br/vidros/frame_prod_fibra.htm)>. Acesso em: 16 de abr. de 2006.

WILLIAM, D. F. *Definitions in Biomaterials*. New York: Elsevier, 1987, p. 9-29.

YOSHIDA Y., SHIRSI, K., NAKAYAMA, Y., ITOH, M., OKAZAKI, M., SHINTANI, H., INOUE, S., LAMBRECHTS, P., VANHERLE, G., Van MEERBEEK, B. Improved filler-matrix coupling in resin composites. *Tsushima: Journal of Dental Research*, 2002. v. 81, n. 4, p. 270-73.

YUN, S. H., CHO, D., KIM, J., LIM, S., LEE, G. W., PARK, M., LEE, S. S. Effect of silane coupling agents with different organo-functional groups on the interfacial shear on glass fiber/nylon 6 composites. *Seoul: Journal of Materials Science Letters*, 2003. v. 22, n. 2, p. 1591-1594.

ZANGHELLINI, G., VOSER, D. A. Contribution on the nature of metal-resin bonding. *Hamburg: Ivoclar-Vivadent-Report*, 1993. v. 8, n. 3, p. 3-12.