



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

NATÁLIA INÊS GONÇALVES

**SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE NANOFIBRAS UTILIZADAS PARA REFORÇO
DE RESTAURAÇÕES PROTÉTICAS**

2020

NATÁLIA INÊS GONÇALVES

**SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE
NANOFIBRAS UTILIZADAS PARA REFORÇO DE RESTAURAÇÕES
PROTÉTICAS**

Dissertação apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA.

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desenvolvimento de Biomateriais e Novas Tecnologias em Odontologia.

Orientador: Prof. Assoc. Alexandre Luiz Souto Borges

Coorientador: Prof. Assoc. Tarcísio José de Arruda Paes Júnior

São José dos Campos

2020

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2020]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Gonçalves, Natália Inês

Síntese, Caracterização e propriedades mecânicas de nanofibras utilizadas para reforço de restaurações protéticas / Natália Inês Gonçalves. - São José dos Campos : [s.n.], 2020.

94 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2020.

Orientador: Alexandre Luiz Souto Borges

Coorientador: Tarcísio José de Arruda Paes Junior

1. Polimetilmetacrilato. 2. Reforço. 3. Eletrofiação. 4. Polímeros. I. Borges, Alexandre Luiz Souto, orient. II. Paes Junior, Tarcísio José de Arruda, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Assoc. Alexandre Luiz Souto Borges (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciências e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Assist. Dr. Sérgio Lúcio Pereira de Castro Lopes

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciências e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Dr. Tiago Moreira Bastos Campos

Instituto de Tecnologia Aeronáutica

São José dos Campos

São José dos Campos, 24 de janeiro de 2020.

DEDICATÓRIA

Em primeiro lugar, dedico este trabalho a Deus guiou meu caminho até este momento.

A minha família que está sempre ao meu lado, me apoiando em cada etapa. Meus pais Leduíno e Rosana, minhas irmãs Fernanda e Marcela e meus cunhados Carlos e Renato. A vocês devo a minha vida e nunca será possível retribuir tudo que fazem por mim. Obrigada também pelos meus sobrinhos Joaquim e Lucas, que trouxeram mais alegria para nossas vidas. Não há como expressar meu amor por vocês!

A minha segunda família, meus amigos: Ana Beatriz, Ana Flávia, Barbara, Bruna, Débora, Fernanda, Grazielle, Rafaela e Thiago. Sempre será impossível expressar o quanto sou grata por ter vocês em minha vida. Seguimos um longo caminho juntos, desde a escola, e, mesmo com tanto tempo depois, continuam presentes, mesmo que cada um tenha seguido seu caminho. O apoio de vocês é essencial, e, sem ele, eu não teria chegado até aqui.

Aos meus amigos da graduação: Joyce, Leonardo, Monique, Nathália e Thaynara. Vocês são uma saudade difícil de se acostumar e sou grata ao apoio de vocês mesmo que distante. Obrigada por compartilharem a vida comigo!

As amigas da pós-graduação, que foram luz na minha vida durante o mestrado: Bruna, Fernanda, Jéssica, Pollyanna e Vanessa. Obrigada pela imensa força! Por estarem ao meu lado nos momentos mais difíceis

e comemorarem comigo as vitórias do dia a dia. Cada almoço, café, conversa, conselhos, risadas, e até as broncas, ficarão guardados em meu coração. Com certeza eu não teria sobrevivido sem vocês! Vocês são minha inspiração para continuar a vida acadêmica e tenho um orgulho enorme de cada uma.

*Em especial, à **Jéssica Dias**, lembro até hoje do dia em que te pedi para ser sua aluna de iniciação científica. Que sorte grande a minha: de coorientadora, você se tornou uma irmã. Sou muito grata pela nossa sintonia, parceria, por toda sua paciência e pelo seu imenso coração. Você esteve ao meu lado em cada passo que eu dei até chegar aqui. Nunca conseguirei agradecer por tanto!*

*À **Luciana Lemos**, que me ajudou a crescer e ser quem sou hoje. Sou muito grata a por tudo e, com certeza, essa vitória é dedicada a você!*

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, professor Alexandre Borges, que desde o início da graduação é um grande exemplo de profissional e tanto me ensina. Obrigada por sempre ter acreditado em mim e por toda paciência. Tenho muito orgulho de ser sua orientada.

Ao meu coorientador, professor Tarcísio Paes Júnior, por todo auxílio na execução desse trabalho, paciência e aprendizado que me proporcionou.

Ao professor Sérgio Lopes, que sempre foi uma inspiração, como pessoa e profissional. Obrigada por tantos conselhos e aprendizados!

Ao Tiago Moreira, que me ajudou com os testes nesse trabalho. Obrigada por tanta disponibilidade.

À Letícia Oliveira, que me ajudou imensamente na realização deste trabalho, e foi minha rocha quando tudo dava errado (só a gente sabe o quanto deu). Tenho muito orgulho de você e fico feliz de ter participado um pouquinho dessa etapa da sua vida.

A todos os professores e colegas da pós-graduação, ao Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos - UNESP, minha segunda casa, e cada profissional que me auxiliou nessa etapa. Cresci como profissional e pessoa, aprendendo muito com vocês.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	8
LISTA DE QUADROS	12
LISTA DE TABELAS	13
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	15
RESUMO	16
ABSTRACT	17
1 INTRODUÇÃO	18
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	21
2.1 Polimetilmetacrilato.....	21
2.2 Fibras para reforço	23
2.3 Eletrofiação	25
2.3.1 Processo de eletrofiação	25
2.3.2 Parâmetros envolvidos no processo	27
3 PROPOSIÇÃO	30
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	31
4.1 Proporção das soluções poliméricas	31
4.2 Técnica da eletrofiação	33
4.3 Síntese das NFs de ABS (NF/ABS).....	34
4.4 Síntese das NFs de PA6 (NF/PA6).....	35
4.5 Síntese das NFs de PS (NF/PS)	36
4.6 Caracterização das NFs sintetizadas.....	37
4.6.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	37
4.6.2 Análise do diâmetro médio das fibras	38
4.6.3 Análise da molhabilidade.....	38
4.6.4 Análise de difratometria de raios X (DRX).....	39
4.6.5 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) ...	39
4.7 Ensaio de resistência à tração	40
4.8 Confecção dos corpos de prova de RAAT	41
4.8.1 Confecção dos corpos de prova do grupo controle.....	42
4.8.2 Variação para os grupos com inserção de NFs	44
4.8.3 Polimerização	46

4.8.4 Acabamento e polimento	46
4.9 Ensaio de resistência à fratura.....	47
4.10 Análise fractográfica	48
5 RESULTADO	50
5.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	50
5.2 Análise do diâmetro médio das fibras	53
5.3 Análise da molhabilidade.....	63
5.4 Análise de difratometria de raios X (DRX).....	64
5.5 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)	66
5.6 Ensaio de resistência à tração	68
5.7 Ensaio de resistência à fratura.....	72
5.8 Análise fractográfica	76
6 DISCUSSÃO	80
6.1 Produção de NFs pelo processo de eletrofiação.....	80
6.2 Caracterização das NFs sintetizadas.....	81
6.3 Ensaio de resistência à tração	83
6.4 Ensaio de resistência à fratura.....	83
7 CONCLUSÃO	85
REFERÊNCIAS.....	86

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema do equipamento de eletrofiação	26
Figura 2 – Representação das quatro regiões do jato da solução	27
Figura 3 – Efeito da variação da tensão aplicada na formação do Cone de Taylor .	28
Figura 4 – Fluxograma da metodologia do trabalho	31
Figura 5 – <i>Pellets</i> dos polímeros utilizados no trabalho	32
Figura 6 – Solução proporcionada posicionada em agitador magnético	33
Figura 7 – Equipamento de eletrofiação	34
Figura 8 – Motor para coleta dinâmica de NFs	37
Figura 9 – Amostras posicionadas em <i>stub</i> para análise em MEV	38
Figura 10 – Dispositivo para ensaio de resistência à tração	40
Figura 11 – Manta de NFs posicionada para ensaio de resistência à tração	41
Figura 12 – Padrão metálico para confecção dos corpos de prova	42
Figura 13 – Inclusão dos padrões metálicos em mufla plástica	43
Figura 14 – Aspecto final da matriz de silicone para laboratório	43
Figura 15 – Espaçadores metálicos nos espaços deixados pelos padrões na superfície do gesso	45

Figura 16 – Malha de NFs cortada	45
Figura 17 – Corpos de prova de RAAT	47
Figura 18 – Ensaio de flexão em três pontos	48
Figura 19 – Estereomicroscópio.....	49
Figura 20 – Corpos de prova fraturados após ensaio de flexão metalizados para análise em MEV	49
Figura 21 – Micrografias de NF/ABS	51
Figura 22 – Micrografias de NF/PA6	52
Figura 23 – Micrografias de NF/PS	53
Figura 24 – Histogramas de frequência dos diâmetros (μm) do grupo NF/ABS (amostras 1 a 4)	55
Figura 25 – Histogramas de frequência dos diâmetros (μm) do grupo NF/ABS (amostras 5 a 9)	56
Figura 26 – Histogramas de frequência dos diâmetros (μm) do grupo NF/PA6 (amostras 1 a 5)	58
Figura 27 – Histogramas de frequência dos diâmetros (μm) do grupo NF/PA6 (amostras 6 a 9)	59
Figura 28 – Histogramas de frequência dos diâmetros (μm) do grupo NF/PS (amostras 1 a 4)	61

Figura 29 – Histogramas de frequência dos diâmetros (μm) do grupo NF/PS (amostras 5 a 9)	62
Figura 30 – Imagens representativas do comportamento da água destilada sobre as mantas	63
Figura 31 – Gráfico representativo da análise de DRX para NF/ABS	64
Figura 32 – Gráfico representativo da análise de DRX para NF/PA6	65
Figura 33 – Gráfico representativo da análise de DRX para NF/PS	62
Figura 34 – Espectros de absorção no infravermelho para NF/ABS	66
Figura 35 – Espectros de absorção no infravermelho para NF/PA6	67
Figura 36 – Espectros de absorção no infravermelho para NF/PS	68
Figura 37 – Gráfico de tensão x deformação padrão das amostras de NF/ABS	69
Figura 38 – Gráfico de tensão x deformação padrão das amostras de NF/PA6	70
Figura 39 – Gráfico de tensão x deformação padrão das amostras de NF/PS	71
Figura 40 – Gráfico de tensão x deformação padrão do Grupo 1	74
Figura 41 – Gráfico de tensão x deformação padrão do Grupo 2	74
Figura 42 – Gráfico de tensão x deformação padrão do Grupo 3	75
Figura 43 – Gráfico de tensão x deformação padrão do Grupo 4	75
Figura 44 – Imagens de estereomicroscopia dos corpos de prova fraturados	77

Figura 45 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados do Grupo 1 78

Figura 42 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados do Grupo 2 78

Figura 43 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados do Grupo 3 79

Figura 44 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados do Grupo 4 79

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Relação dos nomes e quantidade de polímeros (em g) e solvente (em ml) utilizados para o preparo da solução	32
Quadro 2 – Representação das variações dos parâmetros de amostras de NF/ABS testadas	35
Quadro 3 – Representação das variações dos parâmetros de amostras de NF/PA6 testadas	35
Quadro 4 – Representação das variações dos parâmetros de amostras de NF/PS testadas	36
Quadro 5 – Descrição dos grupos de corpos de prova	42
Quadro 6 – Concentração da massa (em %) e do volume (em %) da manta em relação ao RAAT	46
Quadro 7 – Grupos de NFs e os melhores parâmetros encontrados	54

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Análise descritiva dos valores médios e de desvio-padrão (em %) dos valores de diâmetro médio (em μm) para NF/ABS	54
Tabela 2 – Análise descritiva dos valores médios e de desvio-padrão (em %) dos valores de diâmetro médio (em μm) para NF/PA6	57
Tabela 3 – Análise descritiva dos valores médios e de desvio-padrão (em %) dos valores de diâmetro médio (em μm) para NF/PS	60
Tabela 4 – Média dos valores dos ângulos de contato (em graus) para NF/ABS, NF/PA6 E NF/PS	63
Tabela 5 – Valores médios do deslocamento e força necessários para o rompimento das dez amostras de NF/ABS	69
Tabela 6 – Valores médios do deslocamento e força necessários para o rompimento das dez amostras de NF/PA6	70
Tabela 7 – Valores médios do deslocamento e força necessários para o rompimento das dez amostras de NF/PS	71
Tabela 8 – Valores médios e de desvio padrão do módulo de elasticidade (em MPa) dos três grupos tracionados (NF/ABS, NF/PA6 e NF/PS)	72
Tabela 9 – Análise descritiva dos valores médios e desvio padrão da resistência à flexão (em MPa) para os quatro grupos	72
Tabela 10 – Análise de variância (ANOVA) um fator da resistência à flexão (em MPa) para os quatro grupos	73

Tabela 11 – Análise de comparação dos fatores de Tukey para os quatro grupos . 73

Tabela 12 – Valores dos módulos de elasticidade para os quatro grupos testados 76

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABS	Acrilonitrila butadieno estireno
DRX	Difratometria de raios X
FTIR	Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
NFs	Nanofibras
NF/ABS	Nanofibras de acrilonitrila butadieno estireno
NF/PA6	Nanofibras de poliamida 6
NF/PS	Nanofibras de poliestireno
PA6	Poliamida 6
PMMA	Polimetilmetacrilato
PS	Poliestireno
PT	Prótese total
RAAT	Resina acrílica ativada termicamente

Gonçalves NI. Síntese, caracterização e propriedades mecânicas de nanofibras utilizadas para reforço de restaurações protéticas [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2020.

RESUMO

Este estudo visou sintetizar e caracterizar mantas não tecidas de nanofibras (NFs) do acrilonitrila butadieno estireno (ABS), poliamida 6 (PA6) e poliestireno (PS), e avaliar sua capacidade de ser utilizada como reforço no polimetilmetacrilato (PMMA). O ABS foi dissolvido em diclorometano e acetona, a PA6 pelo 1,1,1,3,3,3-Hexafluoro-2-propanol e o PS pela dimetilformamida, em uma concentração definida em estudo piloto. Após determinados os melhores parâmetros de eletrofiação (tensão contínua, razão de fluxo e distância agulha/anteparo) as amostras de cada grupo foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura, análise de molhabilidade, análise de difratometria de raios X, espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier, diâmetro das fibras e resistência a tração. As NFs produzidas foram incluídas na área de tração dos corpos de prova em resina acrílica ativada termicamente (RAAT) conforme ISO1567, perfazendo 4 grupos (n=20), 1 controle (Grupo 1) e 3 experimentais (Grupo 2, RAAT+NF/ABS; Grupo 3, RAAT+NF/PA6; Grupo 4, RAAT+NF/PS), para ensaio de flexão três pontos para analisar suas propriedades mecânicas, como: módulos de elasticidade e resistência a flexão. De acordo com os testes de caracterização, as mantas se apresentaram hidrofóbicas, não houve mudança de sua estrutura polimérica, concluindo-se então que a técnica da eletrofiação foi promissora na síntese de mantas de NFs. A variação dos parâmetros afetou diretamente a morfologia, resultando em fibras uniformes, volumosas e sem defeitos (*beads*). Os Grupos 3 e 4 (RAAT+NF/PA6 e RAAT+NF/PS) apresentaram um maior módulo elástico, conferindo maior rigidez ao material.

Palavras-chave: Polimetilmetacrilato. Reforço. Eletrofiação. Acrilonitrila butadieno estireno. Poliamida 6. Poliestireno.

Gonçalves NI. *Synthesis, characterization and mechanical properties of nanofibers used for reinforcement of prosthetic restorations [dissertation]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2020.*

ABSTRACT

This study aimed to synthesize and characterize non-woven blankets of acrylonitrile butadiene styrene (ABS), polyamide 6 (PA6) and polystyrene (PS) nanofibers (NFs), and to evaluate their ability to be used as reinforcement in polymethyl methacrylate (PMMA). ABS was dissolved in dichloromethane and acetone, PA6 by 1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol and PS by dimethylformamide at a concentration defined in a pilot study. After determining the best electrospun parameters (continuous voltage, flow rate and needle/shield distance) the samples from each group were analyzed by scanning electron microscopy, wettability analysis, X-ray diffraction analysis, Fourier transform infrared spectroscopy, fiber diameter and tensile strength. The NFs produced were included in the tensile area of the thermally activated acrylic resin (RAAT) specimens according to ISO1567, making up 4 groups (n = 20), 1 control (Group 1) and 3 experimental (Group 2, RAAT+NF/ABS; Group 3, RAAT+NF/PA6 and Group 4 (RAAT+NF/PS), for three point bending test to analyze their mechanical properties, as: modules of elasticity and flexural strength. According to the characterization tests, the blankets were hydrophobic, there was no change in their polymeric structure, concluding that the electrospinning technique was promising in the synthesis of NFs blankets. The parameters variation affected directly in the morphology, resulting in uniform, bulky and without defects (beads) NFs blankets. The Groups 3 and 4 (NF/PA6+RAAT and NF/PS+RAAT) presented a superior elastic modulus, therefore a superior rigidity.

Keywords: Polymethyl methacrylate. Reinforcement. Electrospinning. Acrylonitrile butadiene styrene. Polyamide 6. Polystyrene.

1 INTRODUÇÃO

Podemos observar no cenário mundial uma inversão da pirâmide etária, tendo a população idosa aumentado significativamente. Doenças próprias desse segmento ganham maior expressão e, em relação à saúde bucal, a cárie dentária, doenças periodontais e o edentulismo (perda ou falta dos dentes naturais) apresentam um quadro de alta prevalência (Agostinho et al., 2015; de Marchi 2012).

Dessa maneira, apesar dos avanços na tecnologia e o aperfeiçoamento das técnicas em saúde bucal, o edentulismo, ainda está presente em uma grande porcentagem da população mundial, sendo um fenômeno complexo, que envolve fatores biológicos, culturais, econômicos e sociais (Barbato et al., 2007; Felton, 2009). Esta condição, considerada um dos maiores agravos a saúde bucal, pode levar ao comprometimento e incapacidade física, psicológica e/ou social, afetando significativamente a qualidade de vida de seus portadores (Barbato et al., 2007; Emami et al., 2013; Krunic et al., 2015; Moreira et al., 2011). Pacientes desdentados podem ser incapacitados de realizar com eficiência tarefas essenciais da vida, como se alimentar ou falar em público (Felton, 2009).

A reposição de dentes naturais ausentes por um substituto artificial, como uma prótese, é fundamental à saúde e o bem-estar dos indivíduos que sofreram perda dental (Jagger et al., 2003). As próteses totais (PTs) são aparelhos utilizados para repor as superfícies mastigatórias e estruturas acessórias de uma arcada superior ou inferior, ou ambas (Anusavice, 2013). Elas são confeccionadas com resinas à base de polimetilmetacrilato (PMMA), um polímero amplamente utilizado há muitos anos na Odontologia (Diaz-Arnold et al., 2008; Faot et al., 2006; Gad et al., 2017; Jagger et al., 1999; Seo et al., 2006; Singh et al., 2017; Uzun, Hersek, 2002). Este material possui como vantagem a estética, biocompatibilidade, facilidade de manipulação e reparo, é estável no meio oral e econômico (Cheng et al., 2010; Gad et al., 2017; Jagger et al., 1999; Uzun, Hersek, 2002). Porém entre suas maiores desvantagens ainda se encontram suas propriedades mecânicas inferiores, como a baixa resistência a flexão e fadiga (Chen et al., 2010; Jagger et al., 1999; Jagger et al., 2003; Seo et al., 2006; Uzun, Hersek, 2002).

A fratura é a falha mais frequente relacionada às PTs, sendo uma grande

preocupação quando se trata deste tipo de reabilitação, pois é um dos fatores que controlam tanto a longevidade da prótese quanto a satisfação do paciente (Beyli, von Fraunhofer, 1981; Cheng et al., 2010; Kelly, 1969; Sekinishi et al., 2015). Apesar de inúmeras tentativas de determinar suas causas e evitá-las, ainda é um obstáculo não resolvido (Beyli, von Fraunhofer, 1981). Quando em uso, a resina acrílica da base de uma PT está sujeita a diferentes tipos de carga que, por consequência, levam à essa falha. Ela pode ocorrer quando em função, no meio intra bucal, resultando das forças mastigatórias, ou no meio extra bucal, devido a forças de impacto decorrente de uma queda acidental no chão (durante a limpeza, tosse ou espirro, por exemplo) ou um golpe repentino sofrido pela prótese (Jagger et al., 1999; Kelly, 1969; Uzun, Hersek, 2002; Zappini et al., 2003).

Estudos demonstram que casos onde a fratura ocorre em boca, geralmente é resultado da fadiga do material, causada por flexão durante o período de uso (Beyli, von Fraunhofer, 1981; Jagger et al., 1999; Vallittu, 1996; Wiskott et al., 1995). Fraturas deste gênero podem ser explicadas pelo desenvolvimento de falhas microscópicas nas áreas de concentração de tensões. Com o carregamento contínuo de tensões, essas falhas aumentam de tamanho e resultam em uma fissura. A falha catastrófica ocorre quando é excedida a resistência mecânica da resina acrílica (Jagger et al., 1999; Wiskott e al., 1995). Esse tipo de fratura ocorre mais comumente na linha média da prótese maxilar, sendo menos habitual na mandibular e, geralmente, se inicia na região de freio labial ou na região anterior do palato das próteses (Jagger et al., 1999; Lambrecht, Kydd, 1962).

A falha catastrófica pode ser multifatorial, tendo como causa qualquer fator que exacerbe a deformação da base da prótese ou altere a distribuição de suas tensões (Beyli, von Fraunhofer, 1981), como por exemplo: um entalhe profundo do freio labial (Lambrecht, Kydd, 1962; Rees et al., 1990), próteses com flanges subestendidas, mal ajustadas, desadaptadas ou com falta de alívio adequado, com uma oclusão desbalanceada e reparos prévios (Kelly, 1969; Yunus et al., 1994). O desenho oclusal dos dentes e as forças mastigatórias também são fatores que colaboram para a deformação da base da PT, sendo que a última, durante a função, pode afetar os tecidos de suporte, traumatizando-os (Beyli, von Fraunhofer, 1981).

Ao longo dos anos, muitas abordagens têm sido utilizadas para o reforço das próteses de resina acrílica, dentre eles: reforço metálico, reforço com fibras de vidro

e polímeros (aramida, poliamida, polietileno e polipropileno); reforço com fibras naturais a base de frutas e vegetais; preenchimento com óxidos metálicos (alumina, zircônia, titânio, prata, ouro, platina, paládio), minerais (hidroxiapatita, dióxido de silício e sílica) e carbono (nanotubos de carbono e nanodiamantes); e adição de agentes de ligação cruzada (Balch et al., 2013; Borges et al., 2015; Gad et al., 2017; Hirajima et al., 2009; Paes-Junior et al., 2017; Regli, Kydd, 1953; Totu et al., 2017; Vallitu, 1995).

A eletrofiação é uma técnica antiga, sendo registrada na literatura desde o início do século passado (Cooley, 1902; Morton, 1902). Neste processo, quando a diferença de potencial supera a tensão superficial do polímero um jato líquido é ejetado, alongado e acelerado pelo campo elétrico e por fim depositado sob um substrato. Este método permite ainda modificar as propriedades biológicas e físicas dos materiais (Huang et al., 2003).

Atualmente, tem sido muito estudada devido a sua versatilidade de aplicação para a produção de mantas constituídas por fibras, que variam de escala submicrométrica até escalas nanométricas (Cheng, 2008; Teo, Ramakrishna, 2006). As mantas de nanofibras (NFs) podem ser eletrofiadas a partir de soluções poliméricas, onde pode-se acrescentar cerâmicas ou compósitos e podem ser utilizadas em processos de filtração, nanocatálises, suporte de crescimento de tecido, próteses médicas roupas de proteção, nanoeletrônicos, encapsulação de aditivos alimentícios, membranas de separação, produtos farmacêuticos e reforço de materiais compósitos (Chronakis 2005; Huang et al., 2003).

A capacidade de determinados tipos de fibras de aumentar significativamente a resistência de polímeros é amplamente conhecida (Tirapelli, 2004). Outros fatores a serem levados em consideração relacionam-se à estrutura da fibra, sua orientação em relação à incidência da força aplicada, a quantidade de fibra incorporada e a aderência da matriz (Jagger et al., 2003; Vallittu, 1993).

Visto que não há um consenso quanto aos materiais empregados, questionamentos a respeito da influência do tipo de fibra e de sua disposição em PTs convencionais ainda são necessários (Gonçalves, 2012). Diante disso, torna-se evidente o estudo sobre novos materiais de reforço utilizados como um método de se melhorar as características mecânicas do PMMA.

2 REVISÃO DE LITERATURA

O edentulismo se apresenta como um fenômeno complexo, que envolve fatores biológicos, culturais, econômicos e sociais (Barbato et al., 2007). Este ainda é aceito pela sociedade, como algo natural do avanço da idade, o que leva os indivíduos a negligenciar o cuidado com a higiene oral e, conseqüentemente, substituir os dentes naturais por próteses dentárias (Cardoso et al., 2015; Rosa et al., 1992).

Segundo a Pesquisa Nacional Saúde do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) do ano de 2013, 41,5% da população com idade superior a 60 anos perderam todos os dentes e 33,3% da população com mais de 18 anos utiliza algum tipo de prótese dentária (IBGE, 2015). O Glossário de Termos Protéticos (2017) define prótese como um substituto artificial de parte da anatomia humana que restaura a forma, função e estética. Essa substituição é essencial para a qualidade de vida dos indivíduos edêntulos, pois a perda dos dentes limita funções diretamente ligadas à sua manutenção. Seus impactos podem ser expressos pela diminuição das capacidades de mastigação e fonação, bem como por prejuízos de ordem nutricional, estética e psicológica, com redução da autoestima e da integração social (Moreira et al., 2011). Assim, por décadas, as PTs com base de resina acrílica são utilizadas para melhorar a qualidade de vida de pacientes completamente desdentados.

2.1 Polimetilmetacrilato

Utilizado para a confecção da base de PTs desde a década de 1940, este material continua sendo de escolha pois, apesar de suas limitações, possui características mecânicas adequadas na maioria das condições clínicas, provando ser apto para as aplicações em Odontologia (Alla et al., 2013; Anusavice, 2013; Jagger, 2002; Meng, Latta, 2005; Mowad et al., 2012; Uzun et al., 1999; Uzun, Hersek, 2002).

Entretanto, em termos de resistência à flexão e ao impacto esse material está longe de ser ideal no cumprimento das exigências mecânicas de uma prótese (Jagger et al., 1999; Mowade et al., 2012). Por essa razão, a base da prótese deve ser suficientemente resistente para permitir que suporte forças mastigatórias funcionais e parafuncionais. Além disso, como são removíveis, deve possuir resistência à fratura induzida por choque, devido ao risco de queda acidental da mesma em uma superfície dura (Meng, Latta, 2005).

A falha pode ser multifatorial, não dependendo apenas do próprio material, e sim de qualquer fator que aumente a deformação ou causem concentração de carga, como: um grande entalhe para o freio labial, presença de diastemas entre os dentes, bordas finas ou subestendidas, próteses mal ajustadas, falta de alívio, oclusão desbalanceada ou reparos prévios (Beyli, 1965; Lambrecht, Kydd, 1962; Matthews, Wain, 1965; Rees et al., 1990; Stafford et al., 1986; Yunus et al., 2007).

O entalhe do freio labial na prótese funciona como uma mudança grande e abrupta no contorno dessa, além de ocorrer próximo à linha média da prótese maxilar, região de maior estresse na base da prótese. Quanto mais brusca a mudança, maior a concentração de tensão. Outras formas de mudança na forma da prótese são: reprodução da rugosidade palatina, presença de arranhões, falhas, partículas de poeira, bolhas ou vazios, podendo ser visíveis ou não. A condição de adaptação deficiente do aparelho protético no tecido, permite maior flexão das próteses e, muitas vezes, resulta em falha por fadiga. Uma única prótese superior contra dentes inferiores naturais recebe mais carga do que uma prótese total maxilar que se opõe a uma mandibular (Kelly, 1969).

Vallittu et al. (1995) testou amostras com e sem entalhes frenais, visando simular o efeito destes na resistência ao impacto. Os resultados mostraram que, quando havia um entalhe semicircular na superfície, a resistência ao impacto era reduzida.

As fraturas nas próteses resultam de dois tipos diferentes de forças: a fadiga à flexão e o impacto. A primeira ocorre após repetidas flexões do material e é um modo de fratura pelo qual uma estrutura eventualmente falha após ser repetidamente submetida a pequenas cargas que, aparentemente, não se mostram prejudiciais ao à prótese, como por exemplo o fato de um ser humano morder, em média, 500 mil vezes por ano. Esse tipo de falha leva à formação de fissuras

microscópicas em áreas de concentração de tensão. Com a carga contínua, essas rachaduras se fundem a uma fissura cada vez maior que enfraquece o material. A falha catastrófica resulta de um ciclo de carga final que excede a capacidade mecânica do material e a degradação química também contribuir para a fadiga (Asopa et al., 2015; Sekinishi et al., 2015; Wiskott et al., 1995).

A maioria das fraturas de prótese maxilar são causadas por uma combinação dos dois tipos de forças, enquanto, para próteses mandibulares, 80% das fraturas são causadas por impacto. Na maioria das situações, as fraturas ocorrem ao longo da linha média da base da prótese, que é mais comumente visto em dentaduras superiores do que em inferiores. Portanto, a capacidade de um material para suportar a presença de entalhes e propagação de trincas é um fator importante que afeta o desempenho da prótese (Jagger et al., 1999; Pires-de-Souza et al., 2009; Zappini et al., 2003).

Os danos às próteses, como pode ser visto, são frequentes e submetem o paciente a uma situação inconveniente até sua reparação. juntamente com o custo para que isso seja realizado. Soma-se ao fato de que as próteses reparadas não possuem a mesma força, o que limita o uso dessa alternativa (Jagger et al., 1999; Pires-de-Souza et al., 2009).

2.2 Fibras para reforço

Desde o início da década de 1970, a capacidade das fibras poliméricas de aumentar significativamente a resistência dos plásticos é amplamente conhecida. As fibras em geral passaram a ser usadas como alternativa ao uso de metais para o estrutural de resinas utilizadas como bases de PTs, destacando-se as fibras de carbono, poliamida, polietileno, aramida e vidro (Kallio et al., 2000; Tirapelli, 2004).

Mas para tanto, alguns fatores devem ser considerados, como: a estrutura, orientação, distribuição, quantidade incorporada (volume) e a aderência das fibras à matriz (Jagger et al., 2003; Vallittu, et al., 1995).

Em relação a orientação das fibras, o alinhamento dessas, deixando-as dispostas de maneira unidirecional confere boas propriedades mecânicas quando

expostas a tensão (Borges et al., 2015; Tian et al., 2007; Vallittu et al., 1995). Segundo Bazbouz e Stylios (2010), fibras alinhadas são mais organizadas e distribuídas continuamente no eixo longitudinal da matriz onde são inseridas, conseqüentemente requerem uma energia maior para o rompimento da manta em comparação às desalinhadas.

Costa et al. (2012) afirma que a má impregnação das fibras à matriz reduz suas propriedades mecânicas. Isso se deve ao fato do aumento de absorção de água, além de que os vazios deixados na matriz acumulam oxigênio, inibindo a polimerização da resina (Vallittu et al., 1995).

A poliamida 6 (PA6), também conhecida como nylon 6, é um polímero sintético amplamente utilizado na síntese de fibras e têm mostrado boas propriedades mecânicas, como a resistência à fratura, resistência química e alta estabilidade térmica. Sua incorporação levou ao reforço de materiais, tendo bases de próteses reforçadas com nylon apresentado maior resistência à fratura que o PMMA (Tandon et al., 2019).

Gonçalves (2012) avaliou o comportamento de resinas acrílicas, ativadas termicamente por energia de micro-ondas e quimicamente, quando reforçadas por fibras de PA6. Neste estudo, além das fibras de PA6 puras, foram utilizadas fibras modificadas por sílica, sendo que essa última aumentou substancialmente a resistência à flexão e diminuiu a alteração dimensional da resina acrílica.

Borges et al. (2015) sintetizou e caracterizou NFs alinhadas e desalinhas, com e sem adição de nanotubos de carbono, avaliando sua capacidade de reforçar a resina composta. Corroborando com Vallittu et al. (1995), as fibras alinhadas obtiveram resistência significativamente maior, independentemente da presença dos nanotubos.

Doğan et al. (2008) estudou o reforço das resinas acrílicas utilizadas para base de PT por cinco tipos de fibras: vidro, rayon, poliéster, nylon 6 e nylon 6,6. As amostras reforçadas com fibras de nylon 6,6 a maior resistência flexural, sugerindo que esse material torna a resina resistente à fratura.

A PA6, no entanto, em sua forma primitiva apresenta algumas desvantagens como a tendência da cor do material se deteriorar, resultando em manchamento, e alta absorção de água. Este último fator resulta em mudanças dimensionais e redução da estabilidade dimensional. A resistência à tração e a

resistência à flexão também diminuem à medida que a taxa de absorção de umidade aumenta (Huang et al., 2019; Yunus et al., 2005). Como alternativa a PA6, há o acrilonitrilo butadieno estireno (ABS), um polímero composto por acrilonitrilo, butadieno e estireno. Este tem sido amplamente utilizado na indústria devido às suas boas propriedades mecânicas e físicas, tais como: resistência ao impacto, tenacidade, elasticidade, resistência química e estabilidade térmica, além de possuir propriedades hidrofóbicas (Chiu et al., 2016; Hsieh, 2017; Sithornkul, Threepopnatkul, 2010; Tang et al., 2009; Zhang, 2016). A produção de fibras de ABS foi raramente estudada (Allafchian et al., 2017; Chiu et al., 2016), porém, sabe-se que são compatíveis com o PMMA (Liu et al., 2002).

O poliestireno (PS), que também se apresenta como uma alternativa ao PA6, pertence ao grupo das resinas termoplásticas, sendo pioneiro entre esses. Ele pode ser utilizado para uma série de aplicações, e comercialmente é vendido em três formas ou tipos (Cristal ou Standard, poliestireno expandido e Poliestireno de alto impacto), sendo que, neste trabalho, foi utilizado a forma Cristal ou Standard (Montenegro, Serfaty, 2002). Esta categoria dispõe características positivas, como: baixo custo, tenacidade, estabilidade térmica, transparência, alto brilho, fácil coloração (pela adição de agentes corantes) e ser hidrofóbico (Montenegro, Serfaty, 2002; Celia et al., 2013; Chen et al., 2010; Sen et al., 2003).

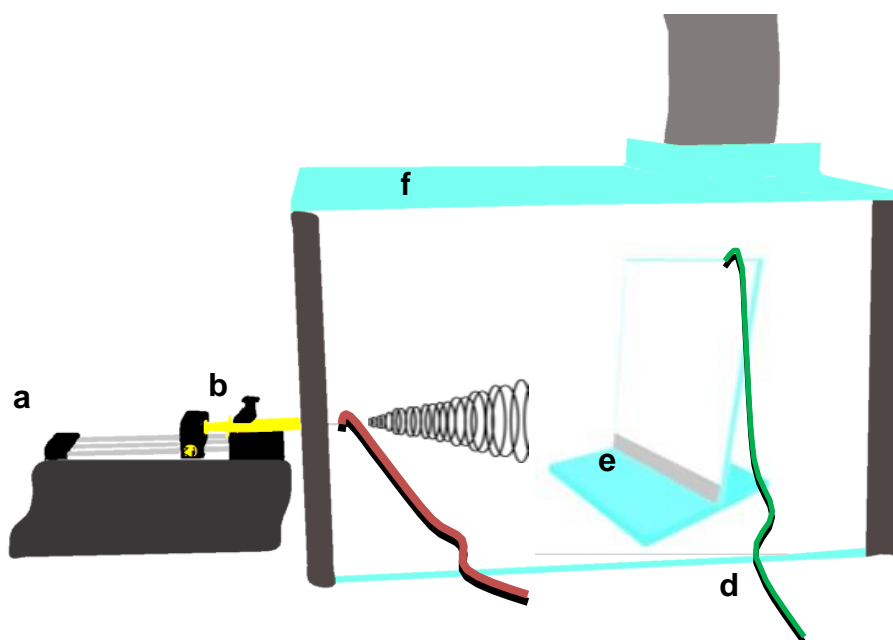
2.3 Eletrofição

2.3.1 Processo de eletrofição

É um método de grande interesse devido a sua relativa simplicidade, baixo custo, grande potencial de aplicação em diversas áreas e versatilidade, permitindo a produção de NFs a partir de uma grande variedade de materiais que incluem polímeros, compósitos e materiais cerâmicos (Cheng et al., 2008; Costa et al., 2012; Li, Xia, 2004). Ele consiste na aplicação de forças eletrostáticas e de arraste na solução para a formação das mantas com fibras interconectadas (Santos, 2017),

sendo formado, basicamente, por três elementos: uma fonte de alta voltagem, uma seringa com agulha de pequeno diâmetro e um coletor (Figura 1).

Figura 1 – Esquema do equipamento de eletrofiiação



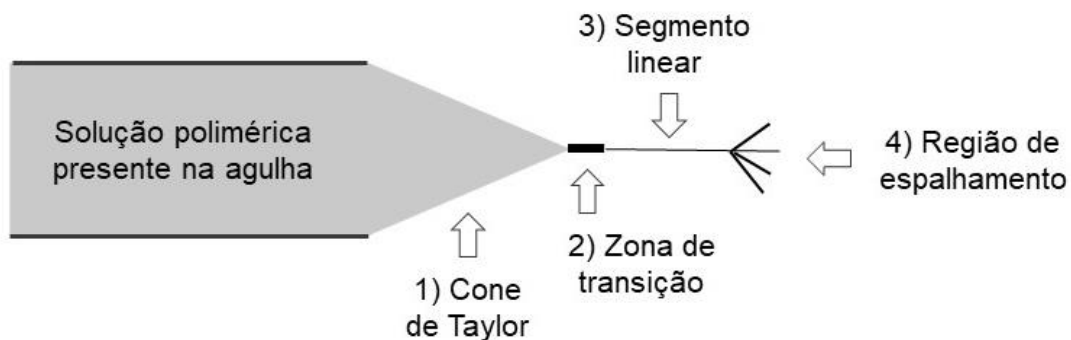
Legenda: a) fonte ejetora da solução, b) seringa com a solução pra eletrofiiação, c) fio condutor para aplicação de alta tensão, d) fio terra, e) anteparo para coletar as fibras, f) capela de eletrofiiação.
Fonte: Fonseca (2018).

O sistema possui uma alta voltagem, onde o eletrodo positivo é conectado na ponta da agulha e o negativo (neutro) é posicionado no coletor. Desta forma, é gerado um campo elétrico e, nesse momento, a solução fica mantida por tensão superficial, tendo sua superfície carregada eletricamente. Quando a diferença de potencial gerada supera a tensão superficial da solução, a gota formada na ponta da agulha se alonga formando um cone, denominado cone de Taylor. O jato da solução sofre um alongamento, se afina, e é ejetado em direção ao coletor. Nesta etapa, o solvente evapora deixando apenas a fibra depositada no coletor (Ahmed et al., 2015; Costa et al., 2012; Huang et al., 2003; Rutledge, Fridrikh, 2007).

Costa et al. (2002) demonstra as etapas do processo de eletrofiiação e a formação do cone de Taylor. Quando se dá o alongamento e ejeção do jato, são

formadas quatro regiões: cone de Taylor, a zona de transição, o segmento linear e a região de espalhamento (Figura 2).

Figura 2 – Representação das quatro regiões do jato da solução



Fonte: Adaptado de Costa et al. (2012).

2.3.2 Parâmetros envolvidos no processo

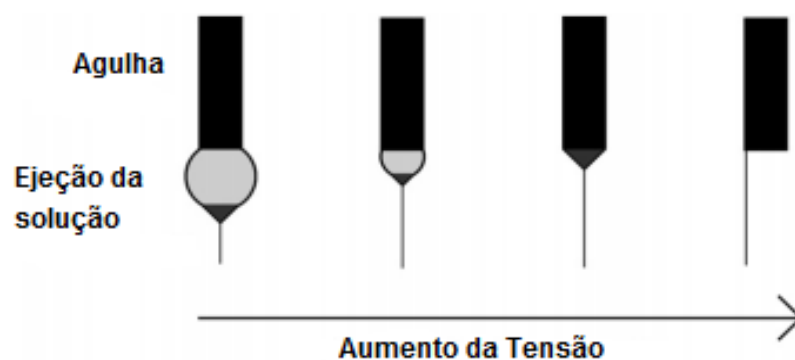
Alguns parâmetros influenciam na morfologia das NFs e podem ser variados com a finalidade de se otimizar sua produção. Huang et al. (2003) e Costa et al. (2012) os descreveram como:

- Parâmetros do processo: razão de fluxo com que a solução polimérica é ejetada, diferença de potencial gerada no campo elétrico e distância da ponta da agulha ao coletor;
- Parâmetros da solução: tipo de solução (por exemplo: polímeros, cerâmicas, compósitos), viscosidade e condutividade da solução;
- Fatores ambientais: temperatura e umidade.

Segundo Heikkilä e Harlin (2008), os dois fatores mais importantes que influenciam o diâmetro das fibras são a tensão aplicada e a distância entre a agulha e o coletor. O fator principal é a tensão aplicada, pois ele é responsável pela

formação do jato da solução polimérica que vai da agulha para o coletor. Se esta for muito baixa, não haverá diferença de potencial suficiente para superar a tensão superficial da solução e ocorrerá o gotejamento da solução na ponta da agulha, ao invés de seu alongamento. Se o contrário acontecer, a tensão aplicada seja muito alta, o jato formado não será uniforme e as NFs geradas terão diâmetros variados podendo ocorrer a formação de defeitos (*beads*). Huang et al. (2003) afirma também que quanto maior a tensão, o jato da solução apresentará um maior volume e, por consequência, um maior diâmetro final (Figura 3).

Figura 3 - Efeito da variação da tensão aplicada na formação do Cone de Taylor



Fonte: Sill e Recum (2008).

Ainda de acordo com Heikkilä e Harlin (2008), o segundo fator mais importante é a distância da ponta da agulha ao coletor. Se este for muito grande, o campo elétrico formado não será forte o suficiente e, conseqüentemente, muitas fibras poderão não alcançar o coletor. Estas acabarão ficando no caminho e a produtividade será diminuída, além de haver desperdício da matéria-prima. Se a distância for pequena não haverá espaço para a evaporação do solvente o que também poderá resultar na formação de *beads*.

Para Zhang et al. (2013) a razão de fluxo muito elevada faz com que uma quantidade maior da solução chegue à ponta da agulha e a diferença de potencial não consegue ejetá-la de maneira uniforme, o que resulta em NFs instáveis com possível formação de *beads*.

A viscosidade da solução afeta também de forma direta o diâmetro médio das fibras produzidas. Uma solução alta viscosidade produzirá fibras com maior diâmetro. Além disso, quanto maior a viscosidade, são necessárias forças elétricas mais altas para superar a tensão superficial e a força viscoelástica para alongar a fibra (Costa et al., 2012; Demir et al., 2002; Huang et al., 2003; Rutledge, Fridrikh, 2007).

3 PROPOSIÇÃO

Objetivo geral:

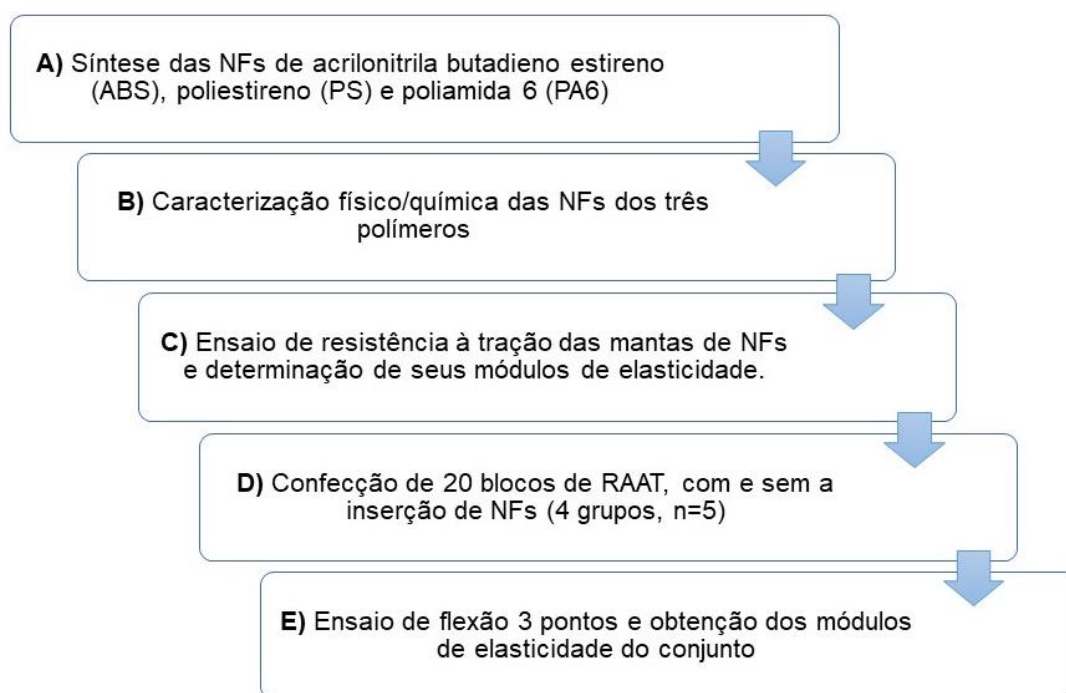
Sintetizar e caracterizar mantas não tecidas de NFs de acrilonitrila butadieno estireno (ABS), poliamida 6 (PA6) e poliestireno 6 (PS), bem como avaliar sua capacidade de reforço no PMMA, resina utilizada como base de próteses totais.

Objetivos específicos:

- a) Avaliar a influência dos parâmetros da eletrofição (voltagem, distância e razão de fluxo) no diâmetro dos polímeros ABS, PA6 e PS;
- b) Caracterizar a superfície das mantas de ABS, PA6 e PS por meio de testes físico/químicos e mecânicos;
- c) Avaliar a influência das mantas de ABS, PA6 e PS na resistência à flexão e módulo elástico em corpos de prova, no formato de barras, de resina acrílica ativada termicamente (RAAT).

4 MATERIAL E MÉTODOS

Figura 4 – Fluxograma da metodologia do trabalho



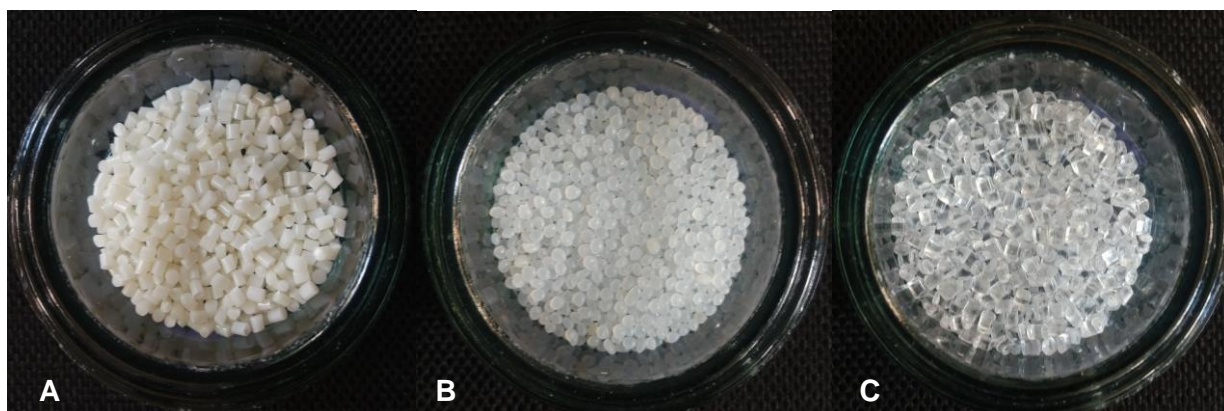
Legenda: A) Síntese das NFs de ABS, PA6 e PS; B) Caracterização físico/química das NFs; C) Ensaio de resistência à tração; D) Confeção dos corpos dos corpos de prova, com e sem NFs incluídas; E) Ensaio de flexão três pontos.

Fonte: Elaborado pela autora.

4.1 Proporção das soluções poliméricas

A proporção das soluções poliméricas foi definida em estudo piloto previamente realizado. *Pellets* de ABS, PA6 e PS (cedidos por Natmar Moldes e Plásticos Ltda, São Paulo, Brasil) (Figura 5) foram dissolvidos em seus respectivos solventes (Sigma-Aldrich, San Luis, EUA) como mostra o Quadro 1.

Figura 5 – *Pellets* dos polímeros utilizados no trabalho



Legenda: A) ABS, B) PA6 e C) PS.
 Fonte: Elaborado pela autora.

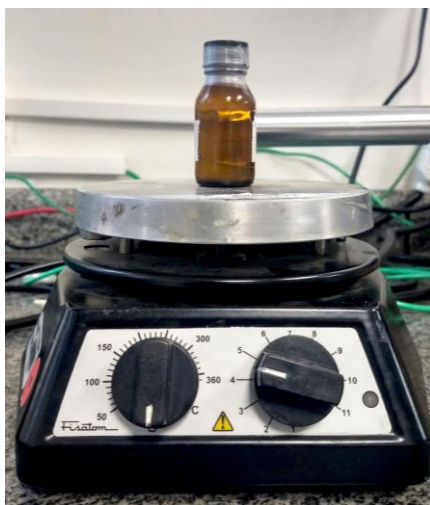
Quadro 1 – Relação dos nomes e quantidade de polímeros (em g) e solventes (em ml) utilizados para o preparo das soluções

Polímero	Gramas	Solvente	ml
ABS	0,4	Diclorometano + acetona	0,9 + 0,9
PA6	0,4	1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol	2,5
PS	0,4	Dimetilformamida	4

Fonte: Elaborado pela autora.

Todas as soluções proporcionadas foram mantidas em agitação constante por 24 horas em agitador magnético (IKA RH Basic, Staufen, Alemanha) (Figura 6).

Figura 6 – Solução proporcionada posicionada em agitador magnético

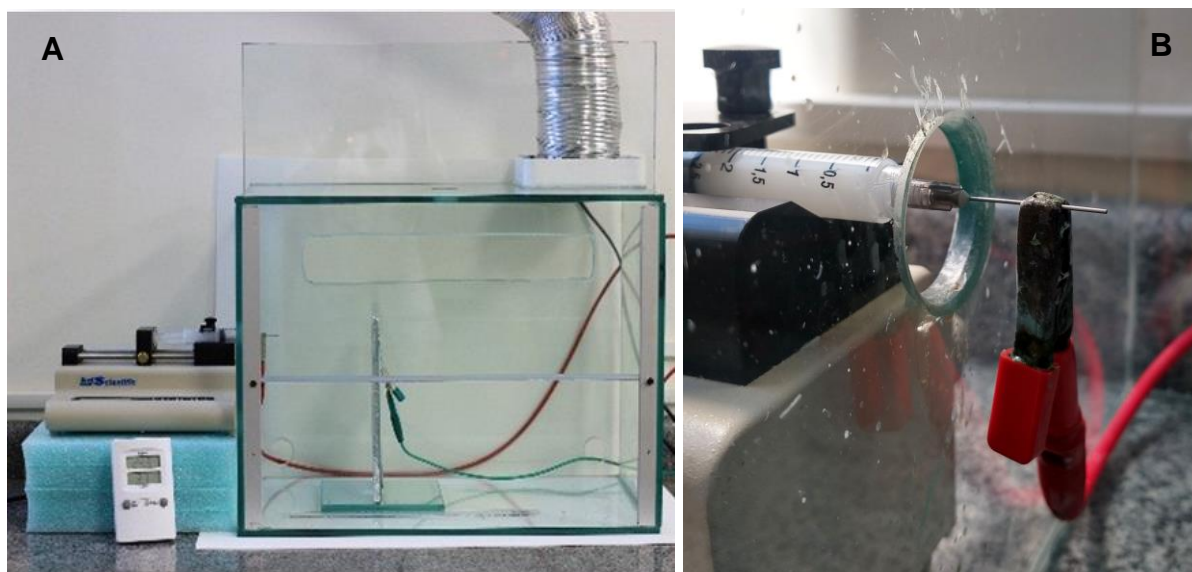


Fonte: Elaborado pela autora.

4.2 Técnica da eletrofiação

O equipamento de eletrofiação (Figura 7) usado para produção de NFs é constituído por uma fonte de alta tensão, uma seringa plástica de 5 ml com agulha de ponta reta e diâmetro do orifício de 0,7 mm² e um coletor (equipamento obtido por meio do processo FAPESP 2014/00668-4). O processo de sintetização foi realizado no laboratório de Bioengenharia e Biomateriais do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos – Unesp.

Figura 7 – Equipamento de eletrofiação



Legenda: A) Sistema preparado para eletrofiação; B) Eletrodo positivo posicionado na ponta da agulha.

Fonte: Elaborado pela autora.

Neste primeiro momento, foi utilizado um anteparo estático, como mostra a Figura 7, para a coleta das NFs. Os parâmetros que influenciam na técnica foram variados, então, houve a necessidade de se determinar um padrão para os três grupos de polímeros. Este deveria resultar na produção de NFs uniformes e sem defeitos (*beads*).

4.3 Síntese das NFs de ABS (NF/ABS)

Foram geradas 9 amostras de NF/ABS, variando-se a tensão em 10, 13 e 15 kV e a distância entre a ponta a agulha e o coletor em 10, 15 e 18 cm. O fluxo foi mantido constante em 0,5 ml/h. (Quadro 2).

Quadro 2 – Representação das variações dos parâmetros de amostras de NF/ABS testadas

		Distância (cm)		
Fluxo	Tensão (kV)	10	13	15
0,5ml/h	10	ABS 1	ABS 6	ABS 7
	13	ABS 2	ABS 5	ABS 8
	15	ABS 3	ABS 4	ABS 9

Fonte: Elaborado pela autora.

4.4 Síntese das NFs de PA6 (NF/PA6)

Foram geradas 9 amostras NF/PA6, variando-se a tensão em 10, 13 e 15 Kv e a distância da ponta da agulha ao anteparo entre 10, 15 e 18 cm. O fluxo dessa solução foi mantido constante em 1 ml/h (Quadro 3).

Quadro 3 – Representação das variações dos parâmetros de amostras de NF/PA6 testadas

		Distância (cm)		
Fluxo	Tensão (kV)	10	15	18
1ml/h	10	PA6 1	PA6 6	PA6 7
	13	PA6 2	PA6 5	PA6 8
	15	PA6 3	PA6 4	PA6 9

Fonte: Elaborado pela autora.

4.5 Síntese das nanofibras de PS (NF/PS)

Foram geradas 9 amostras de NF/PS, variando-se a tensão em 10, 13 e 15 kV e a distância da agulha ao coletor entre 10, 15 e 18 cm. O fluxo da solução foi mantido constante em 1 ml/h (Quadro 4).

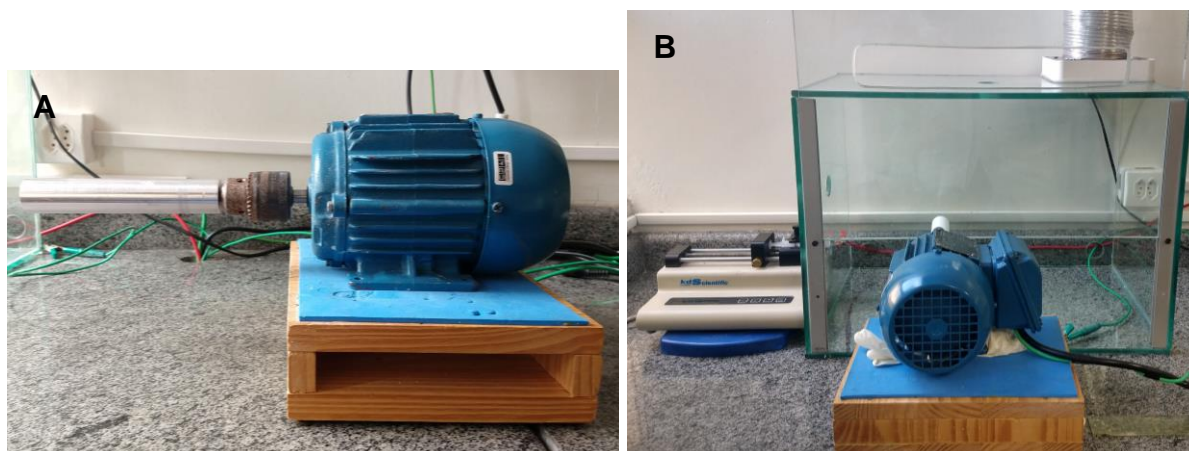
Quadro 4 – Representação das variações dos parâmetros de amostras de NF/PS testadas

Fluxo	Tensão (kV)	Distância (cm)		
		10	15	18
1ml/h	10	PS 1	PS 6	PS 7
	13	PS 2	PS 5	PS 8
	15	PS 3	PS 4	PS 9

Fonte: Elaborado pela autora.

Após a realização da eletrofiação, foi preciso determinar um parâmetro padrão para os três grupos de polímeros, ou seja, o que resultaria na produção de NFs uniformes e sem defeitos (*beads*). Para isso, a caracterização físico/química faz-se necessária. Conforme a definição desse parâmetro, as NFs foram coletadas de forma dinâmica, alinhadas, com auxílio de motor elétrico (WEG S.A, Jaraguá do Sul, SC, Brasil), com 6000 rpm, de acordo com Borges et al. (2015). O dispositivo cilíndrico giratório foi recoberto com folha de papel alumínio, onde as NFs foram depositadas (Figura 8).

Figura 8 – Motor para coleta dinâmica de NFs



Legenda: A) Motor para coleta dinâmica de NFs; B) Sistema preparado com o motor.
Fonte: Elaborado pela autora.

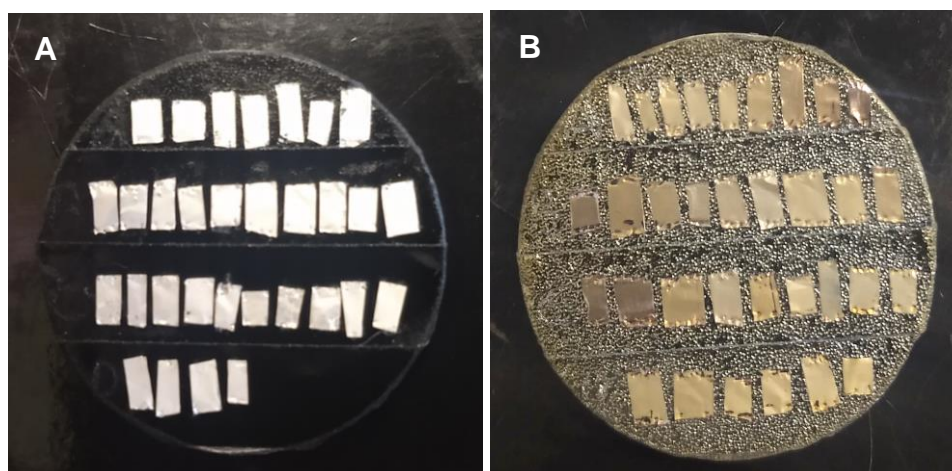
4.6 Caracterização das nanofibras sintetizadas

Uma caracterização microestrutural desejável das NFs envolve a determinação da estrutura cristalina, composição química, quantidade, tamanho, forma e distribuição das fases.

4.6.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Todas as amostras foram analisadas em MEV (Inspect S50, FEI Company, Brno, República Tcheca), sendo fixadas em suporte (*stub*) e recobertas por fina camada de ouro (SC7620 Mini Sputer Coater/Glow Discharge System, Emitech, East Sussex, RU) (Figura 9). Por meio deste teste foi analisada a orientação e morfologia das fibras.

Figura 9 – Amostras posicionadas em *stub* para análise em MEV



Legenda: A) *Stub* com as amostras posicionadas; B) *Stub* recoberto por fina camada de ouro.
Fonte: Elaborado pela autora.

4.6.2 Análise do diâmetro médio das fibras

O diâmetro das NFs dos três grupos (NF/PS, NF/ABS, NF/N6) foi calculado com o auxílio do software computacional ImageJ (Versão 1.52a, National Institutes of Health, EUA), por meio das micrografias obtidas em MEV, onde foram realizadas 100 medições de diferentes áreas. As médias das variáveis avaliadas foram comparadas pela Análise de Variância (ANOVA) 1-fator. Escolheu-se uma amostra de cada grupo para os testes posteriores. Essa escolha se baseou em uma análise comparativa seguindo a ordem: ausência de defeitos (*beads*), menor diâmetro das fibras e menor coeficiente de variação.

4.6.3 Análise da molhabilidade

Para a análise da molhabilidade foi utilizada a técnica do ângulo de contato, onde as mantas de NFs dos parâmetros selecionados foram cortadas em formato regular (2 cm X 2 cm), reunindo 3 amostras para cada grupo. O ângulo de contato

das superfícies foi analisado por meio de um Goniômetro Óptico (TL 1000 – Invoiced freight, Theta Lite, Attension, Lichfield, Staffordshire, RU), onde uma seringa de vidro do sistema (Gastight Syringes #1001 – 1 mL, Hamilton, Reno, Nevada, EUA) deposita uma gota de água destilada sobre a superfície da amostra. Uma série de imagens é gravada pela câmera do equipamento pelo período de 15 segundos. O software OneAttension (Biolin Scientific, Lichfield, Staffordshire, RU) calcula, então, os valores médios para cada amostra a partir das imagens obtidas.

4.6.4 Análise de difratometria de raios X (DRX)

Representa o fenômeno de interação entre o feixe de raios X incidente e os elétrons dos átomos componentes de um material. Utilizou-se esta análise para a caracterização microestrutural e estudo da estrutura cristalina, além de seu índice de cristalinidade (relação entre as partes cristalinas e não cristalinas do material). As fases cristalinas são identificadas por meio de um padrão de difração que depende do material em questão. Cada material, ao receber o feixe de raios X, acaba por difratá-lo pela trama cristalina presente. Amostras dos três grupos em questão (NF/ABS, NF/PA6 e NF/PS) foram preparadas no formato 3 x 3 cm e posicionadas no aparelho de DRX (Shimadzu XRD7000, radiação $\text{CuK}\alpha$, $2\theta = 20\text{-}80^\circ$, 30 mA, 40 kV). Esta foi realizada no Instituto de Tecnologia Aeronáutica (ITA) e na Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP).

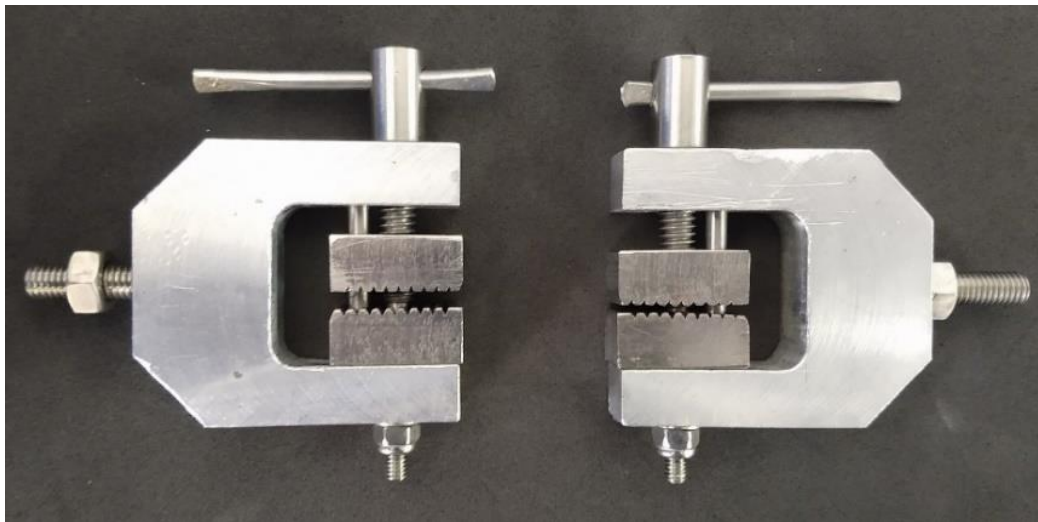
4.6.5 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A técnica FTIR é utilizada para caracterizar a estrutura dos polímeros, verificando a presença das bandas de absorção dos grupos funcionais presentes nas amostras. Esse espectro é obtido pela passagem da radiação que fornece os comprimentos de onda dos grupos funcionais presentes. A referida análise foi realizada no Instituto de Tecnologia Aeronáutica (ITA).

4.7 Ensaio de resistência à tração

O teste de tração uni-axial (Modelo DL-1000, EMIC Equipamentos e Sistemas LTDA., São José dos Pinhais, PR, Brasil) das fibras foi realizado com dispositivo específico (Figura 10).

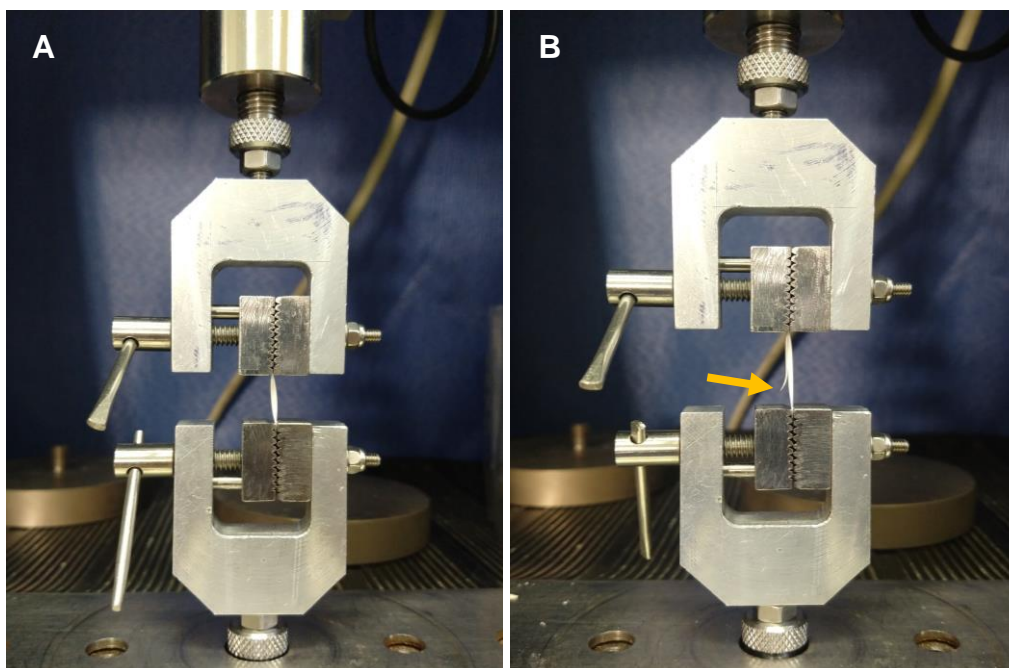
Figura 10 – Dispositivo para ensaio de resistência à tração



Fonte: Elaborado pela autora.

A velocidade utilizada foi de 0,5mm/min, com célula de carga de 10 kgF com dez espécimes retangulares por grupo, com dimensões de 15 x 3 mm (Figura 11), tracionados com a finalidade de se determinar o módulo elástico de cada um dos três grupos de NFs.

Figura 11 – Manta de NFs posicionada para ensaio de resistência à tração



Legenda: A) NF posicionada para teste de tração; B) Seta: início do rompimento.
Fonte: Elaborado pela autora.

4.8 Confeção dos corpos de prova de RAAT

Após a síntese e caracterização das NFs, foram produzidos 20 corpos de prova retangulares de resina acrílica ativada termicamente (RAAT) por energia de micro-ondas VIPI WAVE (Vipi Produtos Odontológicos, Pirassununga, SP, Brasil). Estes foram divididos em 4 grupos (n=5), com a inserção de fibras posicionada a 1,7 mm da base da amostra, como demonstra o Quadro 5.

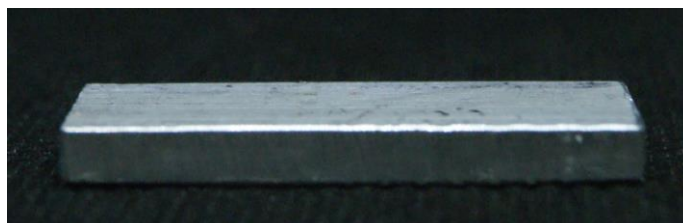
Quadro 5 – Descrição dos grupos de corpos de prova

Grupo	Descrição
1	Controle: RAAT sem a inserção de NF
2	RAAT com a inserção de NF/ABS
3	RAAT com a inserção de NF/PA6
4	RAAT com a inserção de NF/PS

Fonte: Elaborado pela autora.

Para prever a forma dos corpos de prova, foram elaborados padrões metálicos em aço inoxidável, no formato de barras, retangulares e com arestas nítidas, nas dimensões de 31 x 12,2 x 3,2 mm (Figura 12).

Figura 12 – Padrão metálico para confecção dos corpos de prova

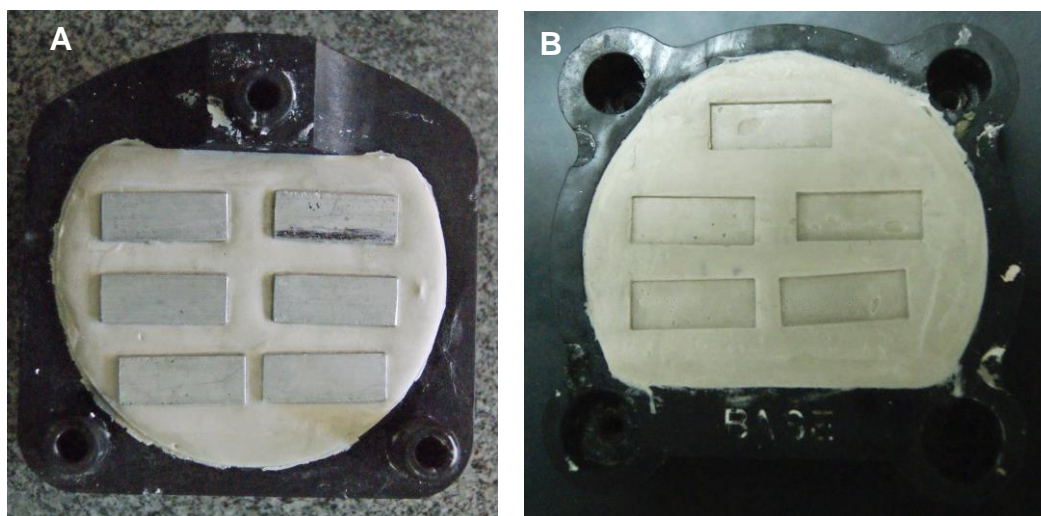


Fonte: Elaborado pela autora.

4.8.1 Confecção dos corpos de prova do grupo controle

Iniciou-se a inclusão na base das muflas plásticas VIPI-STG (Vipi Produtos Odontológicos, Pirassununga, SP, Brasil), empregando-se gesso tipo II ou comum (Gesso Rio, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) na proporção 220 g de pó para 110 ml de água. A seguir, os padrões metálicos foram posicionados na superfície do gesso onde apenas um dos lados ficou em íntimo contato com a superfície do mesmo (Figura 13).

Figura 13 – Inclusão dos padrões metálicos em mufla plástica



Legenda: A) Inclusão dos padrões em mufla plástica; B) Aspecto final do gesso após remoção dos padrões metálicos.

Fonte: Elaborado pela autora.

Após a presa completa do gesso (60 minutos), foi aplicada vaselina sólida e um silicone de laboratório Labormass (Vipi Produtos Odontológicos, Pirassununga, SP, Brasil) foi posicionado ao redor dos padrões metálicos, a fim de se confeccionar uma matriz para os futuros blocos de RAAT (Figura 14).

Figura 14 – Aspecto final da matriz de silicone para laboratório.



Fonte: Elaborado pela autora.

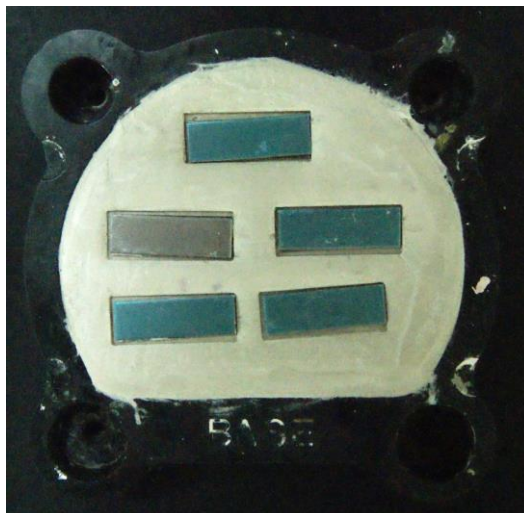
Adaptada à contra-mufla com os parafusos travados, aguardou-se a presa do silicone de 30 minutos, e verteu-se o gesso tipo II na proporção de 220 g de pó, para 110 g de água, pela abertura na parte superior da mufla de forma gradativa e com o auxílio do vibrador de gesso. Após uma hora da fase final de inclusão, abriu-se a mufla e removeram-se os padrões metálicos. Aplicou-se o isolante Dencril (Vipi Produtos Odontológicos, Pirassununga, SP, Brasil) e a RAAT VIPI WAVE, incolor, proporcionada e manipulada, de acordo com as instruções do fabricante, e acomodada na mufla (quando atingida a fase plástica), nos espaços deixados pelos padrões no silicone para laboratório.

Realizou-se a técnica da prensagem única em prensa hidráulica (Techno Máquinas) na pressão máxima de 1000 kgF.

4.8.2 Variação para os grupos com inserção de NF

Visando possibilitar a inclusão das mantas de NFs dos três grupos na massa de resina no momento de sua prensagem, essa foi feita em duas etapas. Na primeira, foi posicionado no espaço deixado pelas matrizes, uma nova barra metálica com dimensões de 30 x 9,8 x 1,7 mm (a 1,7 mm da base do corpo de prova) e sobre essa, uma película de filme celofane (Figura 15).

Figura 15 – Espaçadores metálicos nos espaços deixados pelos padrões na superfície do gesso



Fonte: Elaborado pela autora.

A seguir, a resina foi manipulada, inserida na mufla em sua fase plástica e feita a primeira prensagem do material. A mufla foi aberta, retirou-se o celofane e os espaçadores metálicos, então, posicionou-se uma malha de NFs nas dimensões de 28 x 8 x 0,6 mm (Figura 16), recobrimdo a superfície da resina prensada.

Figura 16 – Malha de NFs cortada



Fonte: Elaborado pela autora.

A concentração da massa (%) e do volume (%) da manta de NFs em relação a RAAT, está representada no Quadro 6.

Quadro 6 – Concentração da massa (em %) e do volume (em %) da manta em relação ao RAAT

Polímero	Massa da manta (%)	Volume da manta (%)
ABS	2	15
PA6	3	15
PS	4	15

Fonte: Elaborado pela autora.

A seguir, uma nova camada de resina agora foi prensada sobre a primeira, como feito no método convencional. A mufla foi levada novamente à prensa hidráulica, sob a mesma pressão, e antes de ser retirada, foi parafusada.

4.8.3 Polimerização

Após 30 minutos de descanso da mufla, foi feita a polimerização, utilizando-se o forno de micro-ondas (Continental AW-30) com prato giratório e potência máxima de 900 W. O ciclo empregado foi de 10% da potência do aparelho por 20 min acrescidos de 5 minutos a 60% da potência.

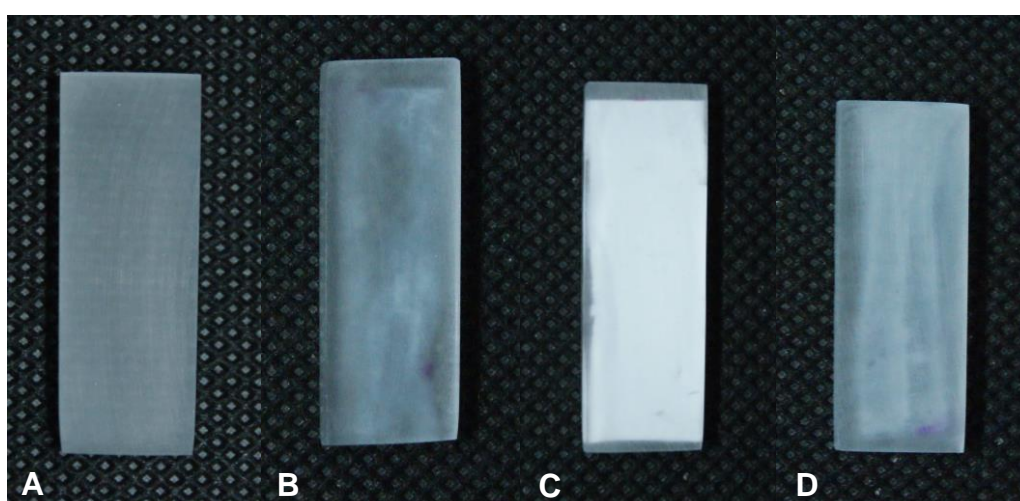
Após a polimerização aguardou-se o completo resfriamento da mufla para então proceder-se a remoção dos corpos de prova e seu acabamento e dimensionamento final.

4.8.4 Acabamento e polimento

O acabamento foi realizado utilizando-se uma lixadeira rotatória (Politriz), sob refrigeração constante à água, sendo o desgaste dos corpos de prova realizado

por lixas d'água de óxido de alumínio Norton (Norton Abrasivos Brasi, Guarulhos, SP, Brasil), de granulações crescentes: 180, 320, 600. A aferição das dimensões finais exigidas para os corpos-de-prova foi realizada com um paquímetro digital Mitutoyo (Mitutoyo Sul Americana Ltda., Suzano, SP, Brasil), sendo essa de 30 x 10 x 3 mm (Figura 17).

Figura 17 – Corpos de prova de RAAT



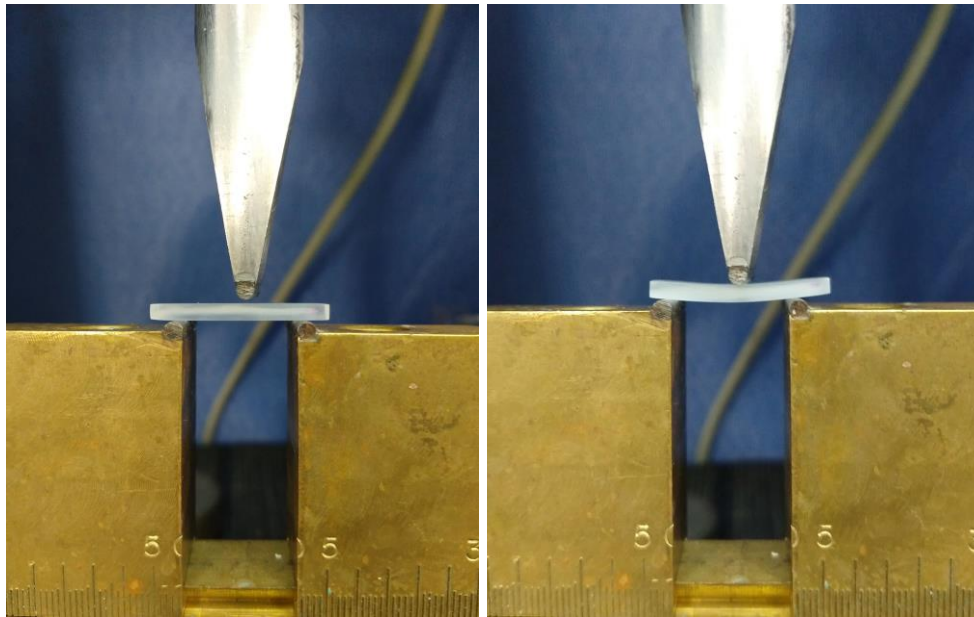
Legenda: A) grupo 1, B) grupo 2, C) grupo 3, D) grupo 4.
Fonte: Elaborado pela autora.

4.9 Ensaio de resistência à fratura

Os 20 corpos de prova foram submetidos ao ensaio de flexão em três pontos em uma máquina universal de ensaio (Modelo DL-1000, EMIC Equipamentos e Sistemas LTDA., São José dos Pinhais, PR, Brasil) até sua fratura.

O ensaio de flexão consiste na aplicação de uma carga crescente em três pontos de uma barra, em que as fibras superiores desta barra serão comprimidas e as inferiores tracionadas (Figura 18), obtendo-se a resistência a flexão três pontos. Utilizou-se uma célula de carga de 100 kgF a uma velocidade constante de 5mm/min. Os valores de resistência a flexão foram obtidos em megapascal (Mpa), utilizando-se $Y = 3FD/2LH^2$ (ISO 1567) e submetidos a análise estatística.

Figura 18 – Ensaio de flexão em três pontos



Fonte: Elaborado pela autora.

4.10 Análise Fractográfica

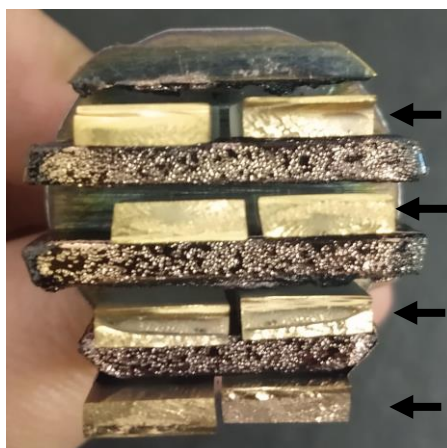
Os corpos de prova fraturados foram avaliados em estereomicroscópio (Discovery V20, Zeiss, Jena, Alemanha) (Figura 19) para observação das características da fratura. Um corpo de prova representativo de cada grupo foi limpo em álcool isopropílico e analisado em MEV (Inspect S50, FEI Company, Brno, República Tcheca). Para isto, as amostras foram fixadas em porta amostras com fita adesiva dupla-face de carbono (SPI, West Chester, PA, EUA), para então serem metalizadas com liga de ouro (SC7620 Mini Sputer Coater/Glow Discharge System, Emitech SC7620 Sputter Coater, East Sussex, Reino Unido). (Figura 20).

Figura 19 – Estereomicroscópio



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 20 – Corpos de prova fraturados após ensaio de flexão metalizados para análise em MEV



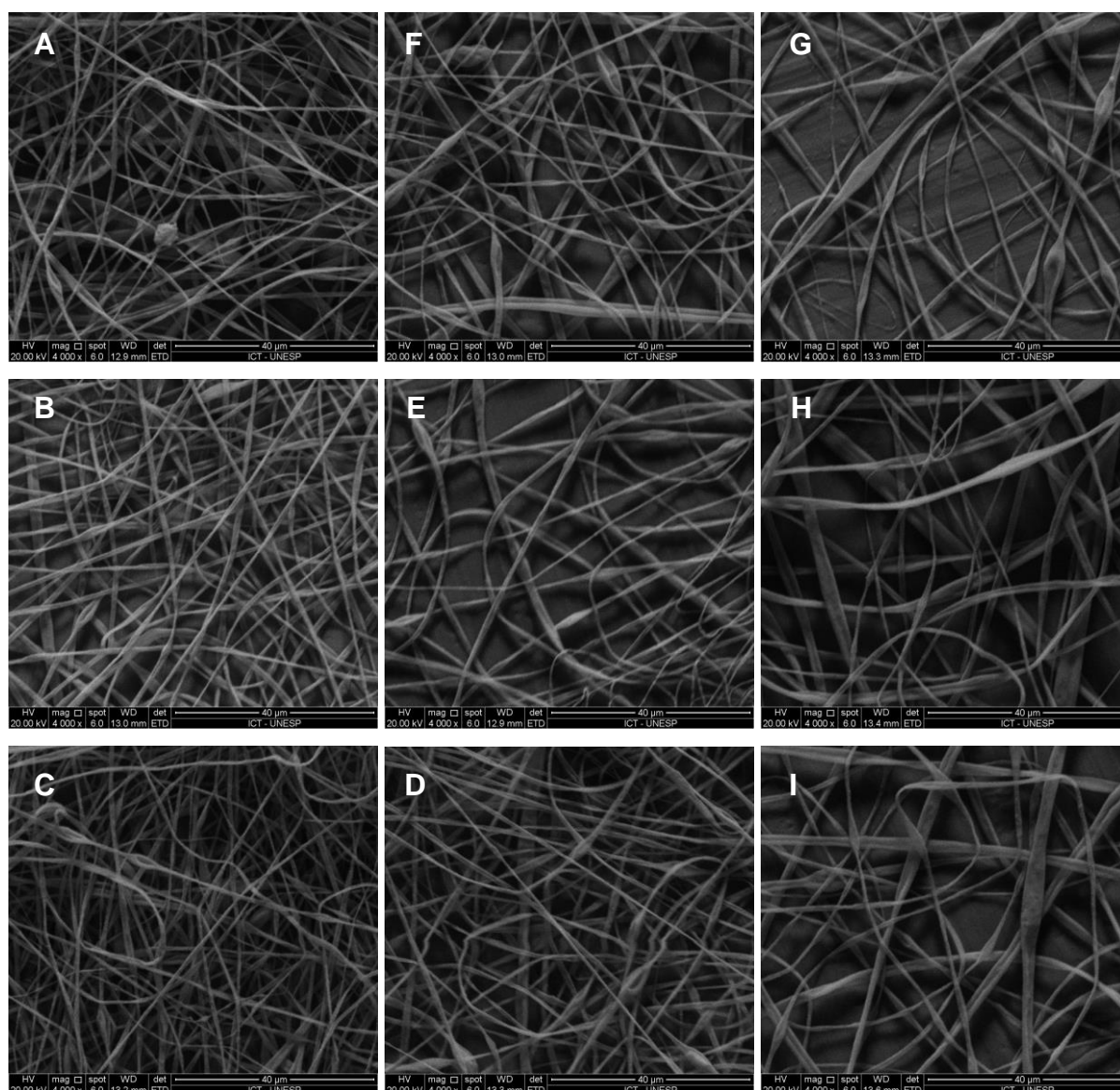
Legenda: Setas: Corpos de prova fraturados recobertos em ouro.
Fonte: Elaborado pela autora.

5 RESULTADO

5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

Por meio da análise em MEV, foram obtidas 9 micrografias para cada grupo (NF/ABS, NF/PA6, NF/PS) como demonstram as Figuras de 21 a 23.

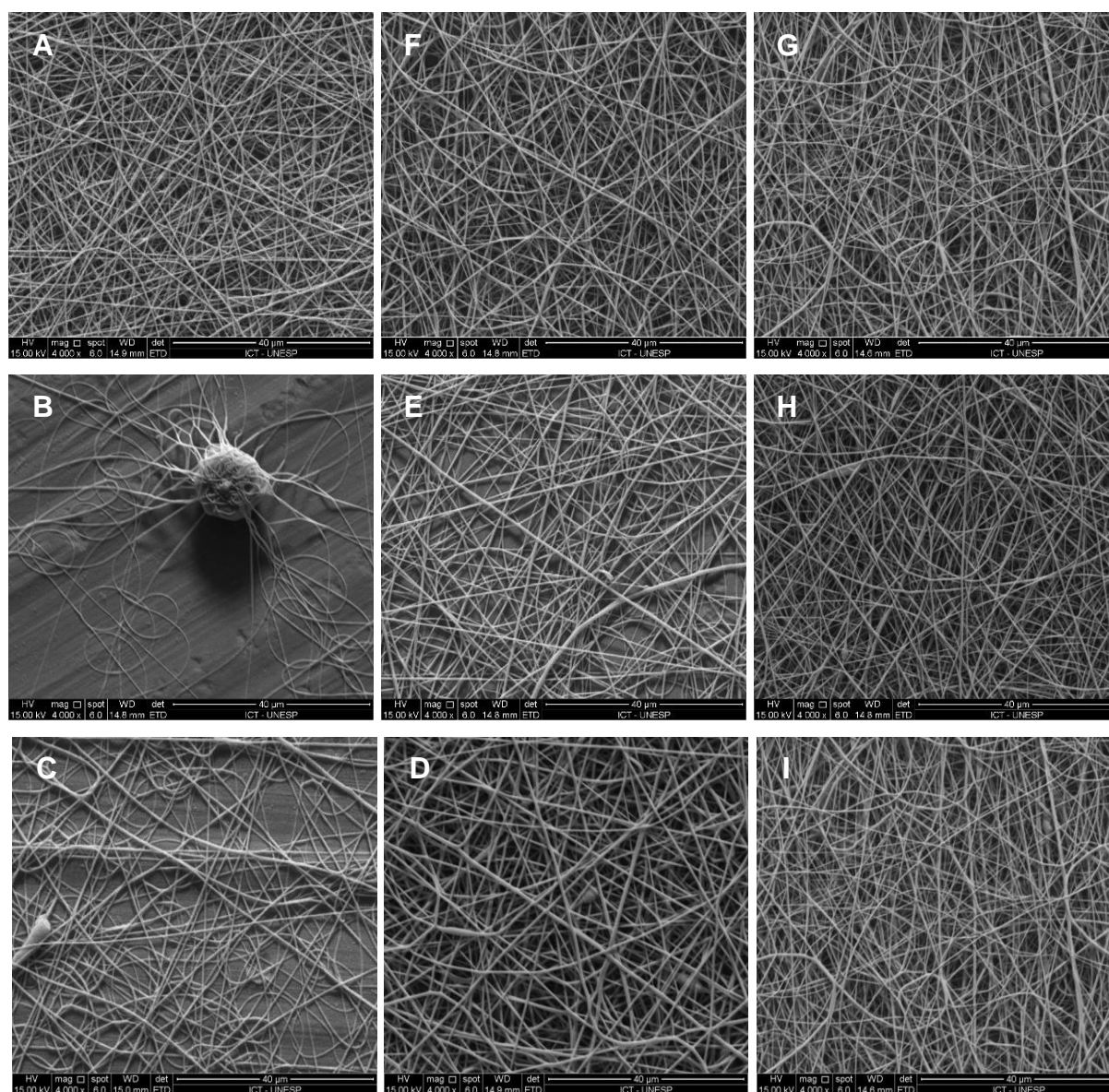
Figura 21 – Micrografias de NF/ABS



Legenda: A) ABS 1, B) ABS 2, C) ABS 3, D) ABS 4, E) ABS 5, F) ABS 6, G) ABS 7, H) ABS 8, I) ABS 9. 4000x aumento.

Fonte: Elaborado pela autora.

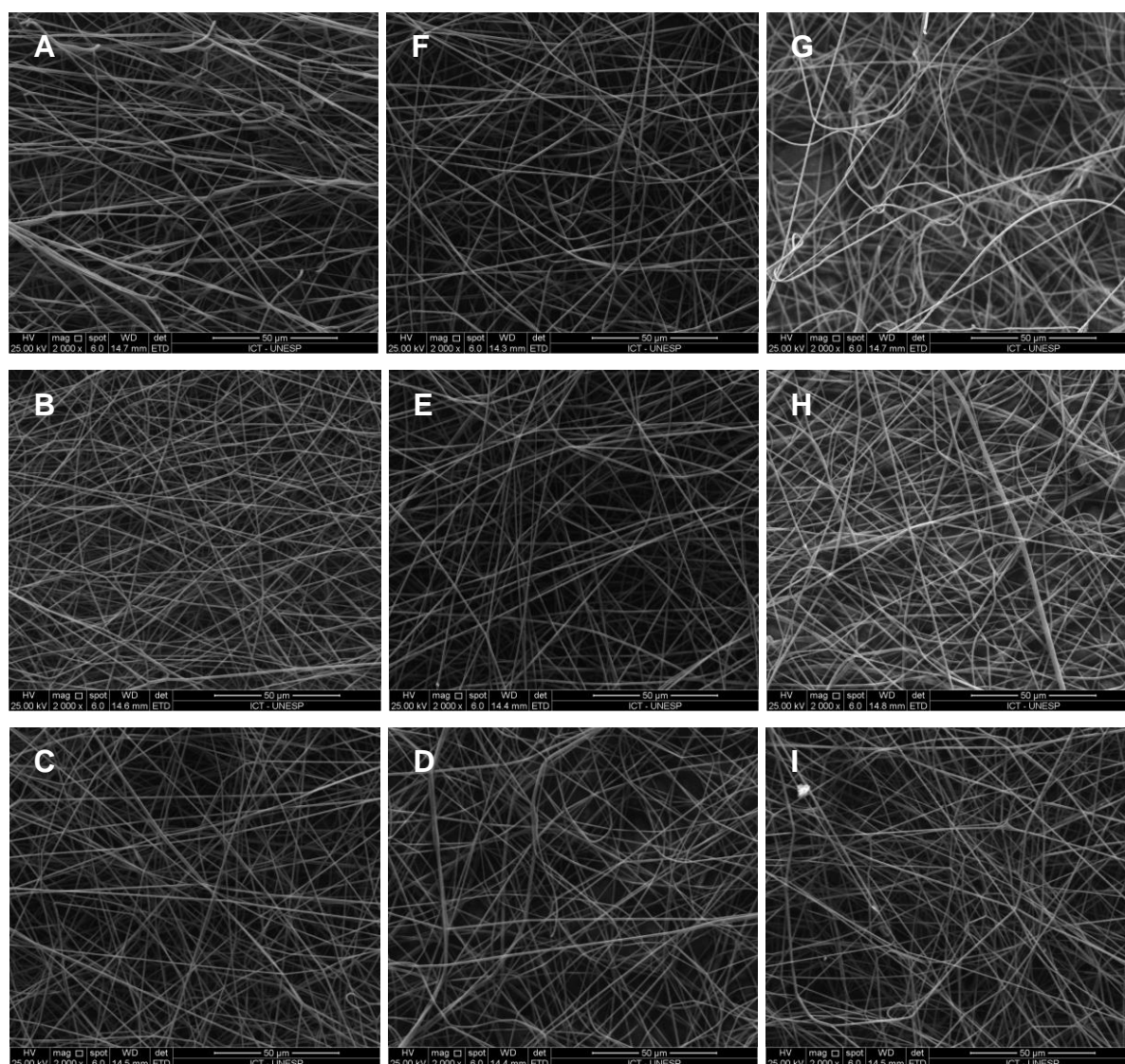
Figura 22 – Micrografias de NF/PA6



Legenda: A) PA6 1, B) PA6 2, C) PA6 3, D) PA6 4, E) PA6 5, F) PA6 6, G) PA6 7, H) PA6 8, I) PA6 9.
4000x aumento.

Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 23 – Micrografias de NF/PS



Legenda: A) PS 1, B) PS 2, C) PS 3, D) PS 4, E) PS 5, F) PS 6, G) PS 7, H) PS 8, I) PS 9. 4000x aumento.

Fonte: Elaborado pela autora.

5.2 Análise do diâmetro médio das NFs

A partir da análise do diâmetro médio das NFs, os parâmetros escolhidos para cada grupo apresentaram o menor diâmetro, menor coeficiente de variação, não houve formação de *beads* e as fibras se exibiram volumosas e uniformes (Quadro 7).

Quadro 7 – Grupos de NFs e melhores parâmetros encontrados

Grupo	Amostra	Diâmetro (μm)	Tensão (kV)	Distância (cm)
NF/ABS	ABS 3	0,698	15	10
NF/PA6	PA6 1	0,321	10	10
NF/PS	PS 2	0,117	10	10

Fonte: Elaborado pela autora.

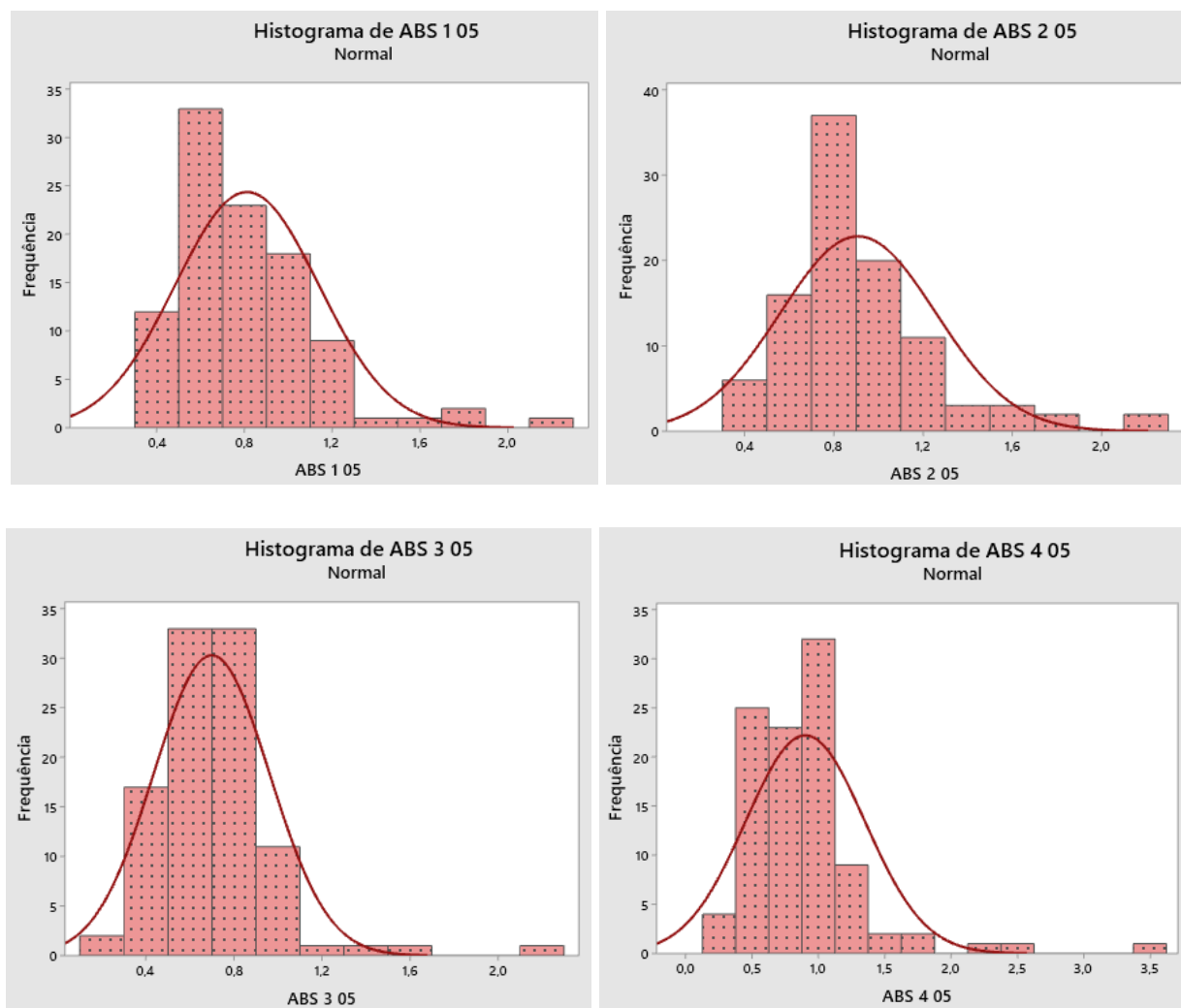
As estatísticas dos valores médios dos diâmetros do grupo NF/ABS estão apresentadas na Tabela 1. Os histogramas de frequência dos diâmetros (μm) estão demonstrados nas Figuras 24 e 25.

Tabela 1 – Análise descritiva dos valores médios e de desvio padrão (em %) dos valores de diâmetro médio (em μm) para as NF/ABS

Fator	N	Média	DesvPad	IC de 95%
ABS 1	100	0,8116	0,3273	(0,3354; 1,2878)
ABS 2	100	0,9085	0,3494	(0,4323; 1,3847)
ABS 3	100	0,6987	0,2632	(0,2225; 1,1749)
ABS 4	100	0,9003	0,4494	(0,4241; 1,3765)
ABS 6	100	1,0102	0,6262	(0,5340; 1,4863)
ABS 7	100	1,0738	0,6092	(0,5976; 1,5500)
ABS 8	100	1,3317	0,8327	(0,8555; 1,8078)
ABS 9	100	1,1025	0,6152	(0,6263; 1,5787)

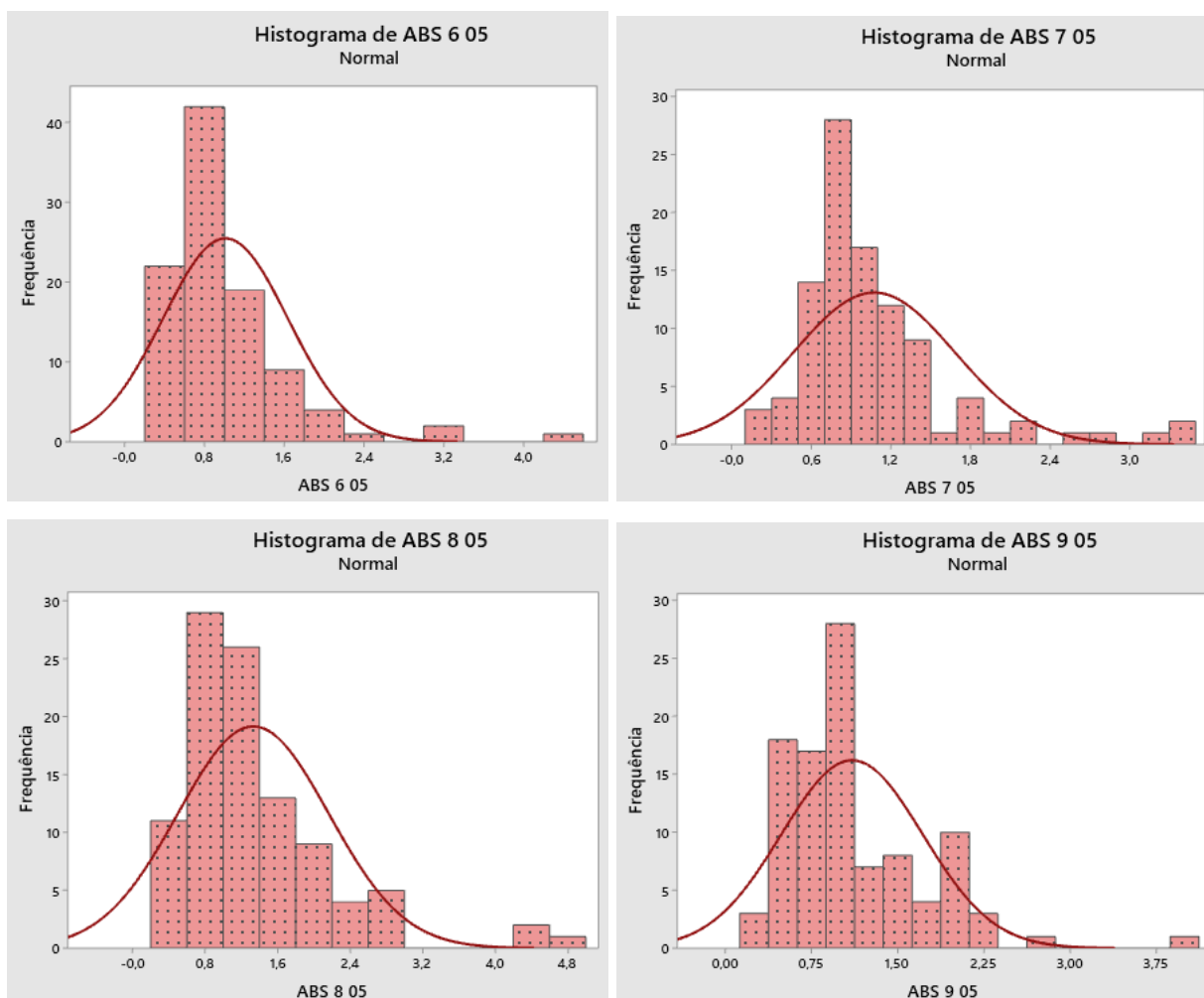
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 24 – Histogramas de frequência dos diâmetros (em μm) do grupo NF/ABS (amostras 1 a 4)



Fonte: Elaborado pela autora

Figura 25 – Histogramas de frequência dos diâmetros (em μm) do grupo NF/ABS (amostras 5 a 9)



Fonte: Elaborado pela autora.

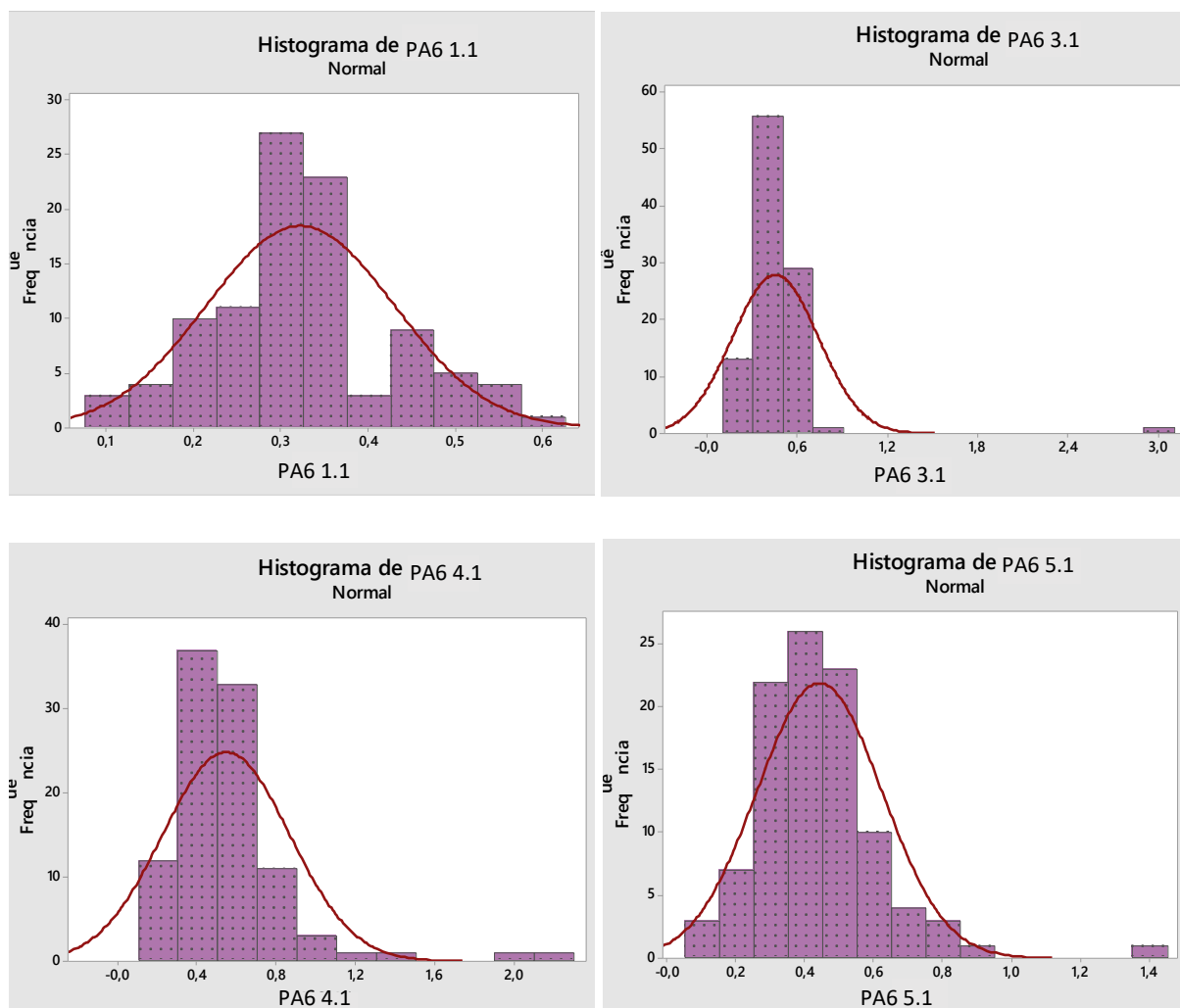
Para o grupo NF/PA6, as estatísticas dos valores médios dos diâmetros estão apresentadas na Tabela 2. Os histogramas de frequência dos diâmetros (μm) estão demonstrados nas Figuras 26 e 27.

Tabela 2 – Análise descritiva dos valores médios e de desvio padrão (em %) dos valores de diâmetro médio (em μm) para as NF/PA6

Fator	N	Média	DesvPad	IC de 95%
PA6 1	100	0,3214	0,1077	(0,2818; 0,3610)
PA6 3	100	0,4486	0,2856	(0,4090; 0,4882)
PA6 4	100	0,5423	0,3204	(0,5027; 0,5819)
PA6 5	100	0,4396	0,1818	(0,4000; 0,4792)
PA6 6	100	0,3972	0,1696	(0,2576; 0,3368)
PA6 7	100	0,4133	0,1770	(0,3737; 0,4529)
PA6 8	100	0,3658	0,1409	(0,3262; 0,4054)
PA6 9	100	0,3818	0,2039	(0,3422; 0,4214)

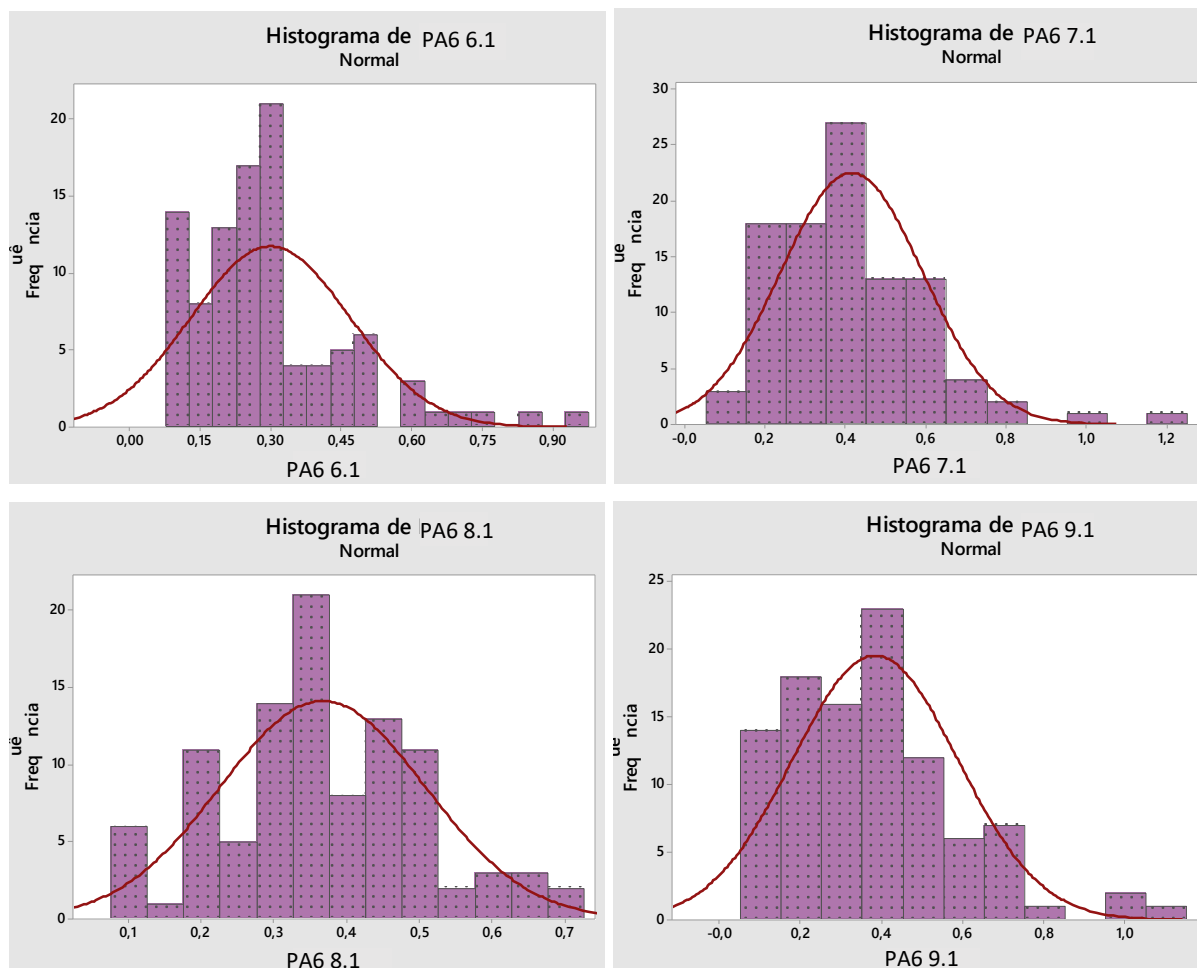
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 26 – Histogramas de frequência dos diâmetros (em μm) do grupo NF/PA6 (amostras 1 a 5)



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 27 – Histogramas de frequência dos diâmetros (em μm) do grupo NF/PA6 (amostras 6 a 9)



Fonte: Elaborado pela autora.

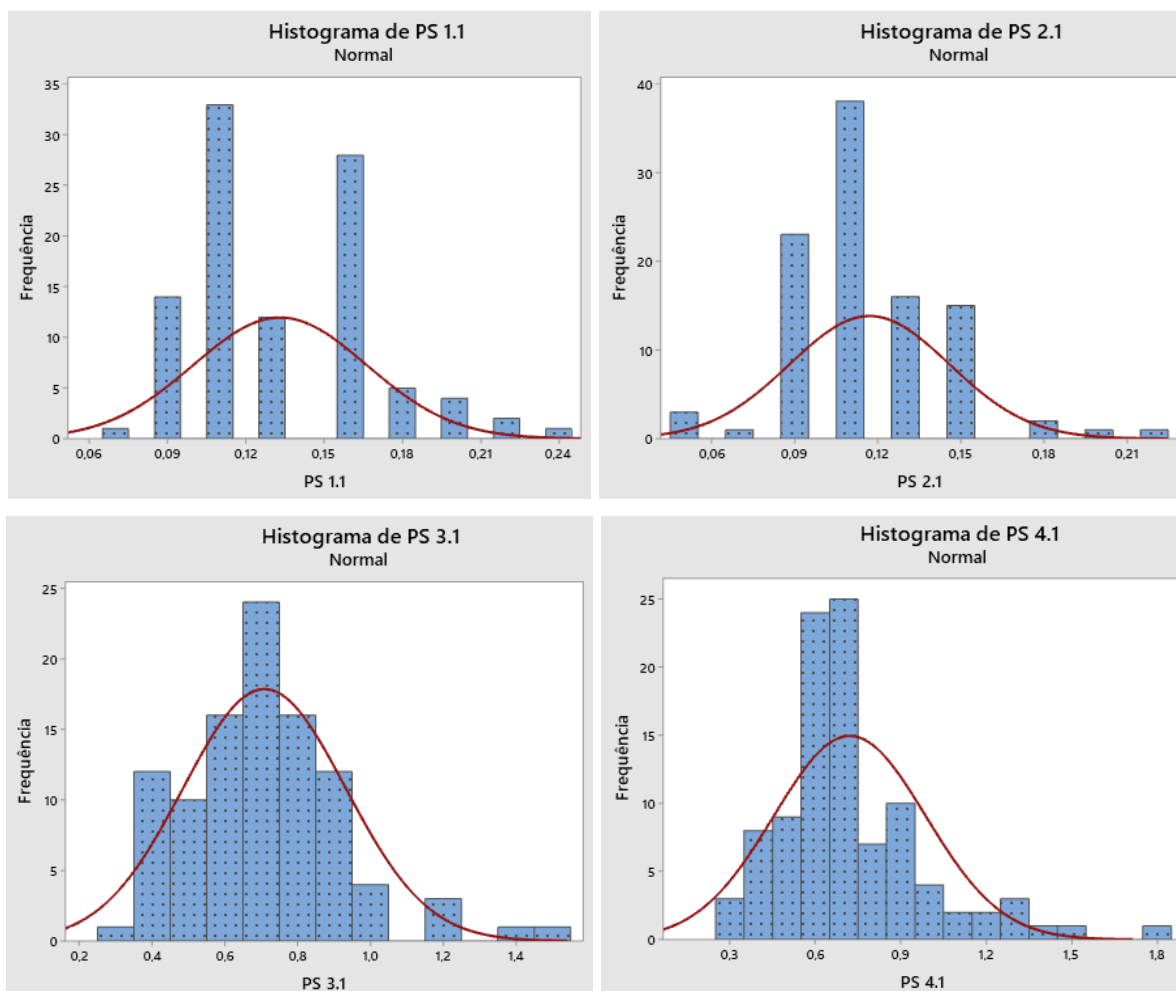
Para o último grupo, NF/PS, as estatísticas dos valores médios dos diâmetros estão apresentadas na Tabela 3, e os histogramas de frequência dos diâmetros (μm) estão demonstrados nas Figuras 28 e 29.

Tabela 3 – Medida de tendência central (Média) e desvio padrão (DesvPad) em porcentagem, dos valores de diâmetro médio (em μm) para as NF/PS

Fator	N	Média	DesvPad	IC de 95%
PS 1	100	0,1330	0,0333	(0,0925; 0,1735)
PS 2	100	0,1170	0,0289	(0,0765; 0,1575)
PS 3	100	0,7086	0,2237	(0,6681; 0,7491)
PS 4	100	0,7209	0,2668	(0,6804; 0,7614)
PS 5	100	0,7989	0,2030	(0,7585; 0,8394)
PS 6	100	0,7434	0,1932	(0,7029; 0,7839)
PS 7	100	0,7204	0,1835	(0,6799; 0,7609)
PS 8	100	0,8439	0,2576	(0,8034; 0,8843)
PS 9	100	0,7244	0,2442	(0,6839; 0,7649)

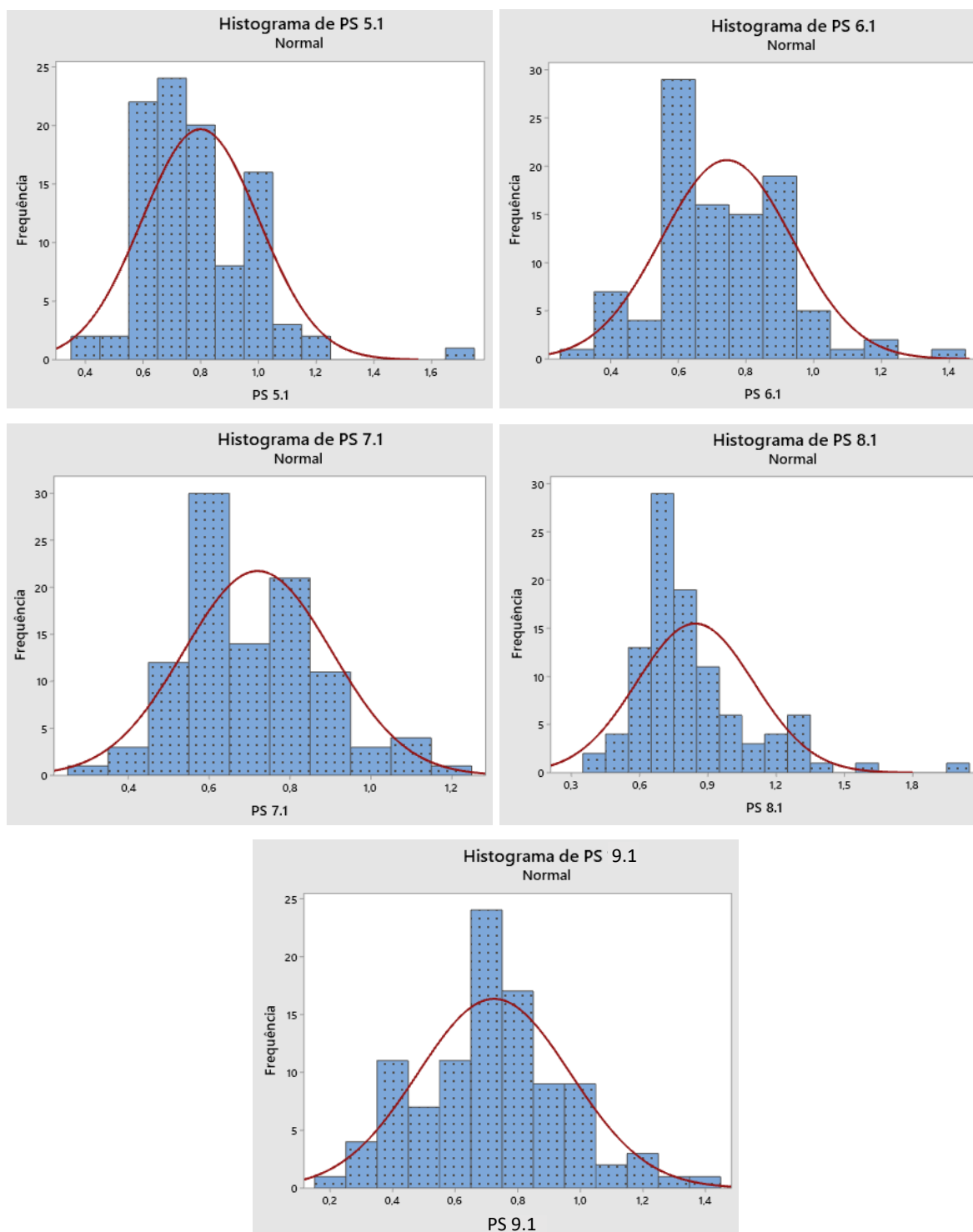
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 28 – Histogramas de frequência dos diâmetros (em μm) do grupo NF/PS (amostras 1 a 4)



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 29 – Histogramas de frequência dos diâmetros (em μm) do grupo NF/PS (amostras 5 a 9)

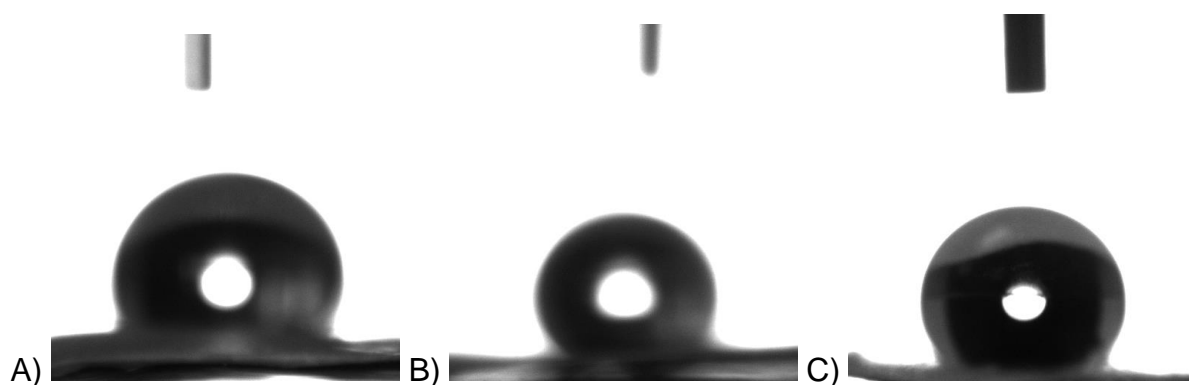


Fonte: Elaborado pela autora.

5.3 Análise da molhabilidade

Para a análise de molhabilidade foi utilizado o ângulo de contato da água destilada, como demonstrado na Figura 30. A média dos valores dos ângulos de contato estão representados na Tabela 4.

Figura 30 – Imagens representativas do comportamento da água destilada sobre as mantas



Legenda: a) NF/ABS, b) NF/PA6 e c) NF/PS.
Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 4 – Média dos valores dos ângulos de contato (em graus) para NF/ABS, NF/PA6 e NF/PS

Amostra	NF/ABS	NF/PA6	NF/PS
1	93,74	111,42	94,07
2	92,36	119,03	126,13
3	92,79	116,23	136,74
Média	92,96	115,56	118,98

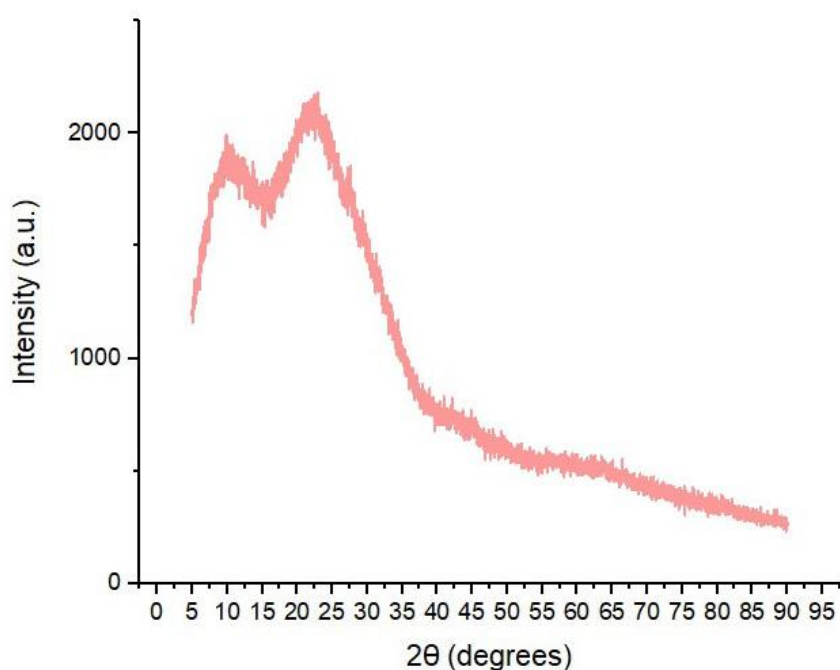
Fonte: Elaborado pela autora.

A manta de NF/ABS apresentou o valor médio de $92,96^\circ$, a NF/PA6 $115,56^\circ$ e, por fim, NF/PS $118,98^\circ$. Os três grupos obtiveram ângulos de contato maiores que 90° , sendo as mantas consideradas predominantemente hidrofóbicas.

5.4 Análise de difratometria de raios-X (DRX)

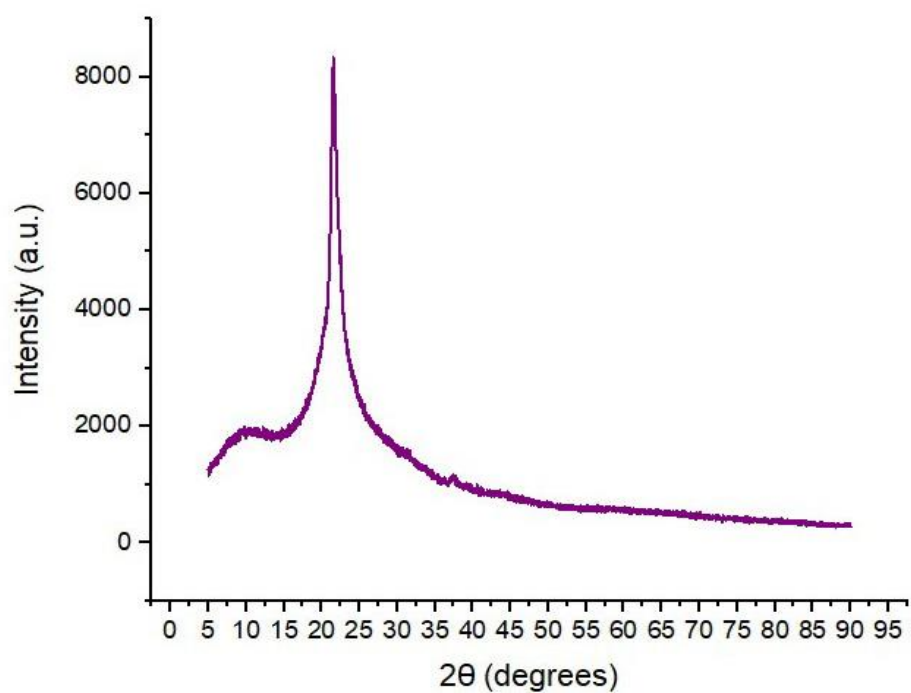
Os resultados da análise de DRX estão representados nas Figuras: 31, 32 e 33. Os grupos NF/ABS e NF/PS não apresentaram linhas de difração acentuadas, o que confirma a natureza não cristalina de ambos os polímeros. Já o grupo NF/PA6, teve sua natureza cristalina comprovada.

Figura 31 – Gráfico representativo da análise de DRX para NF/ABS



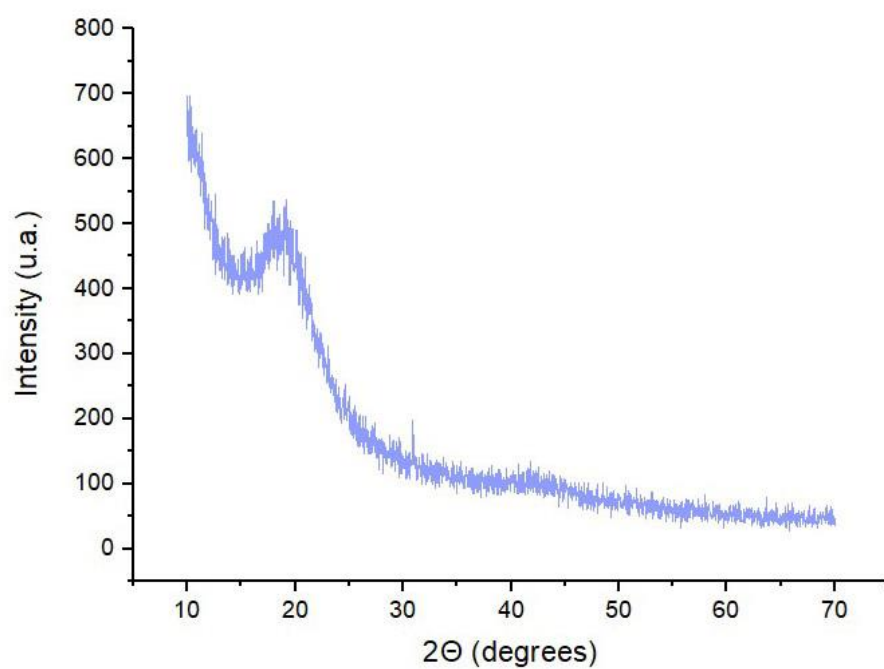
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 32 – Gráfico representativo da análise de DRX para NF/PA6



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 33 – Gráfico representativo da análise de DRX para NF/PS

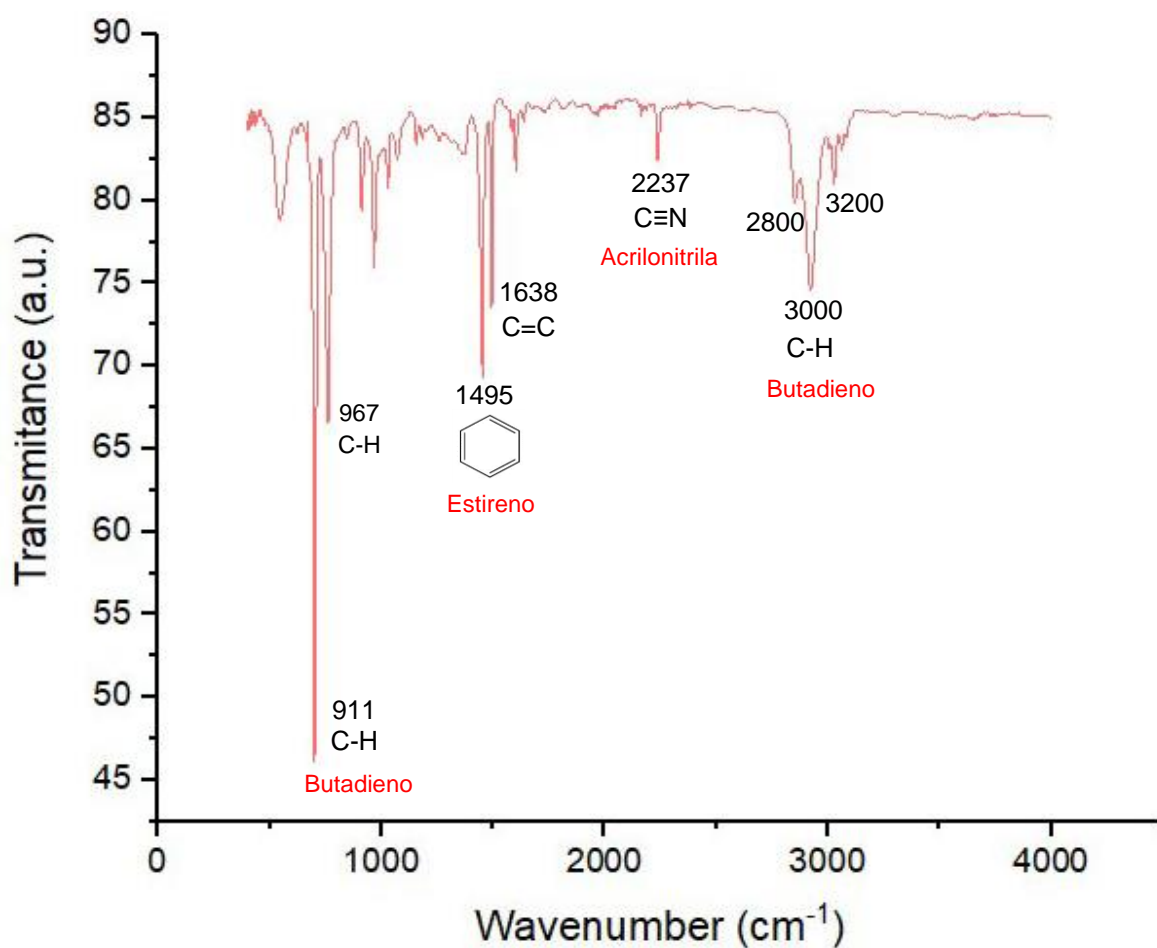


Fonte: Elaborado pela autora.

5.5 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier

Os gráficos obtidos a partir das análises de FTIR para NF/ABS está demonstrado na Figura 34, onde pode-se observar suas bandas características: 911, 1495, 1638, 2237, 3000 e 3200 cm^{-1} .

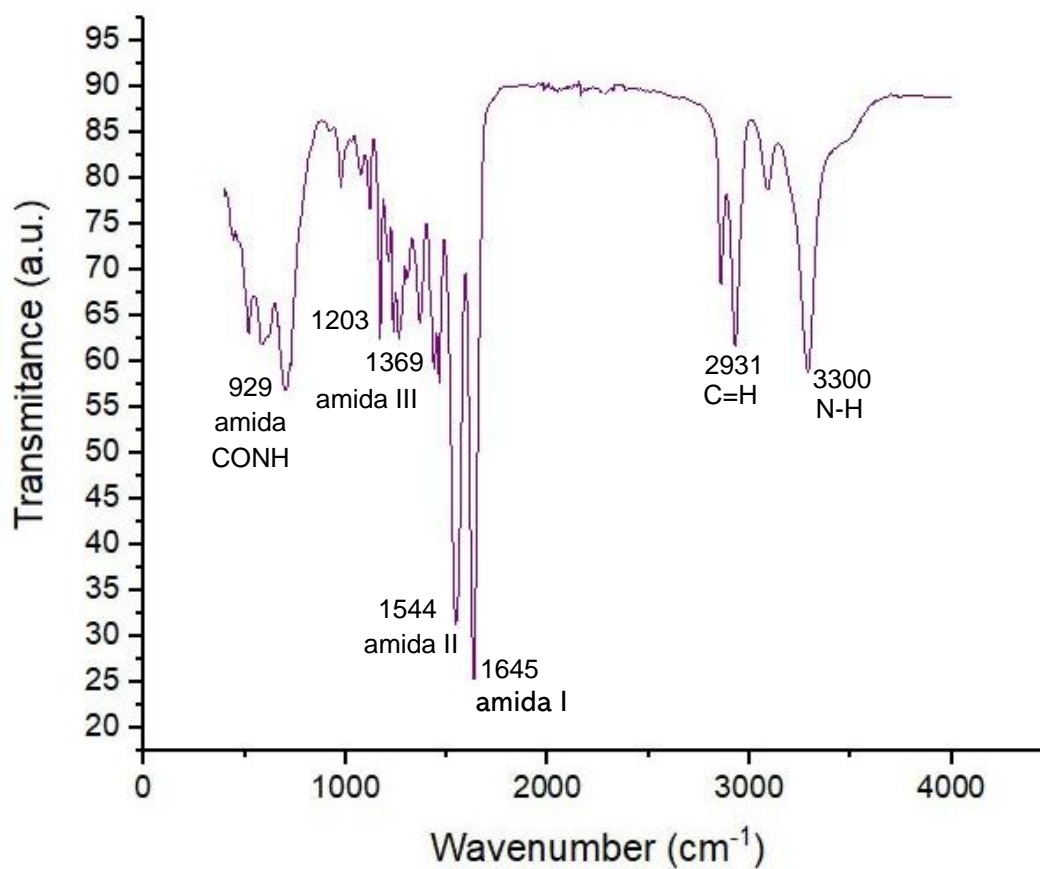
Figura 34 - Espectros de absorção no infravermelho para a NF/ABS



Fonte: Elaborado pela autora.

Na Figura 35, estão demonstradas as bandas características para NF/PA6: 1500, 1645 e 3452 cm^{-1} .

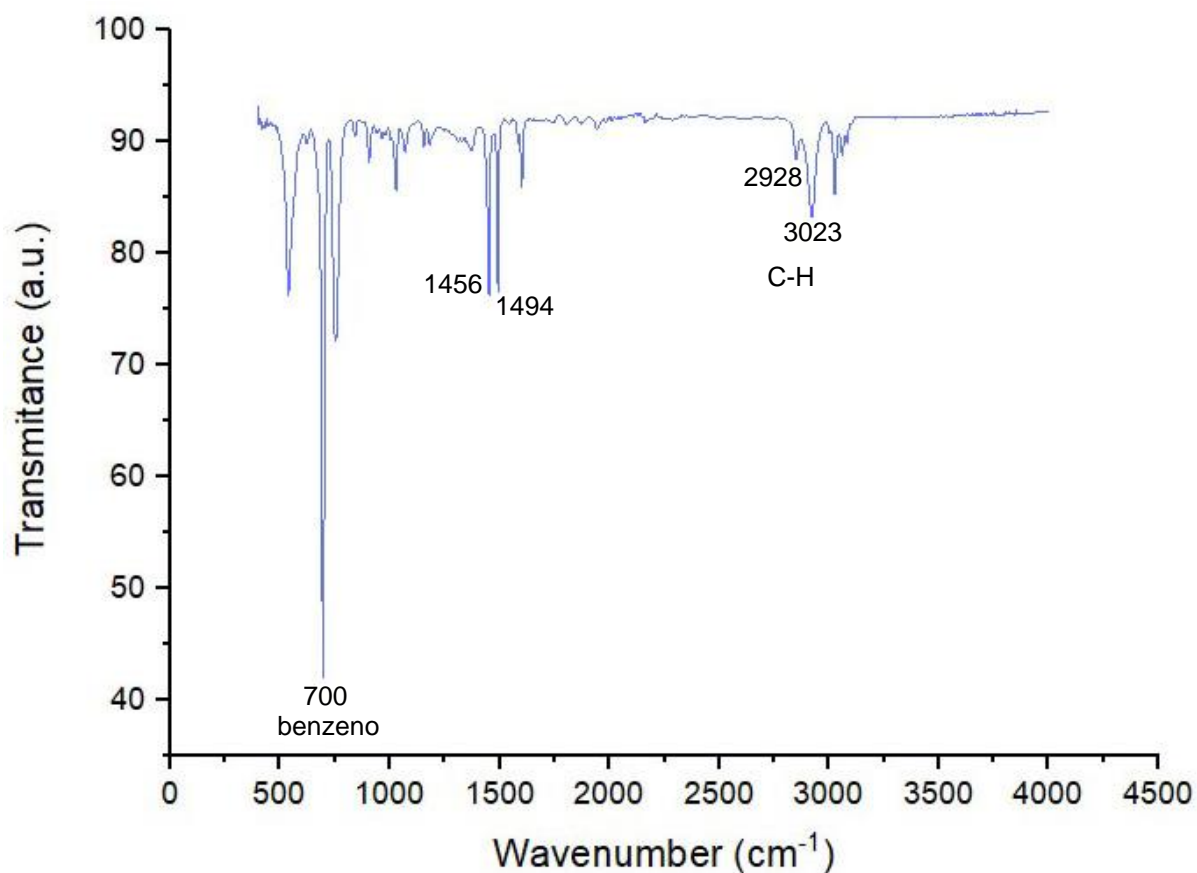
Figura 35 - Espectros de absorção no infravermelho para a NF/PA6



Fonte: Elaborado pela autora.

Por fim, as bandas características de NF/PS: 700, 1456, 1494, 2928 e 3023 cm⁻¹; estão evidenciadas na Figura 36.

Figura 36 - Espectros de absorção no infravermelho para a NF/PS

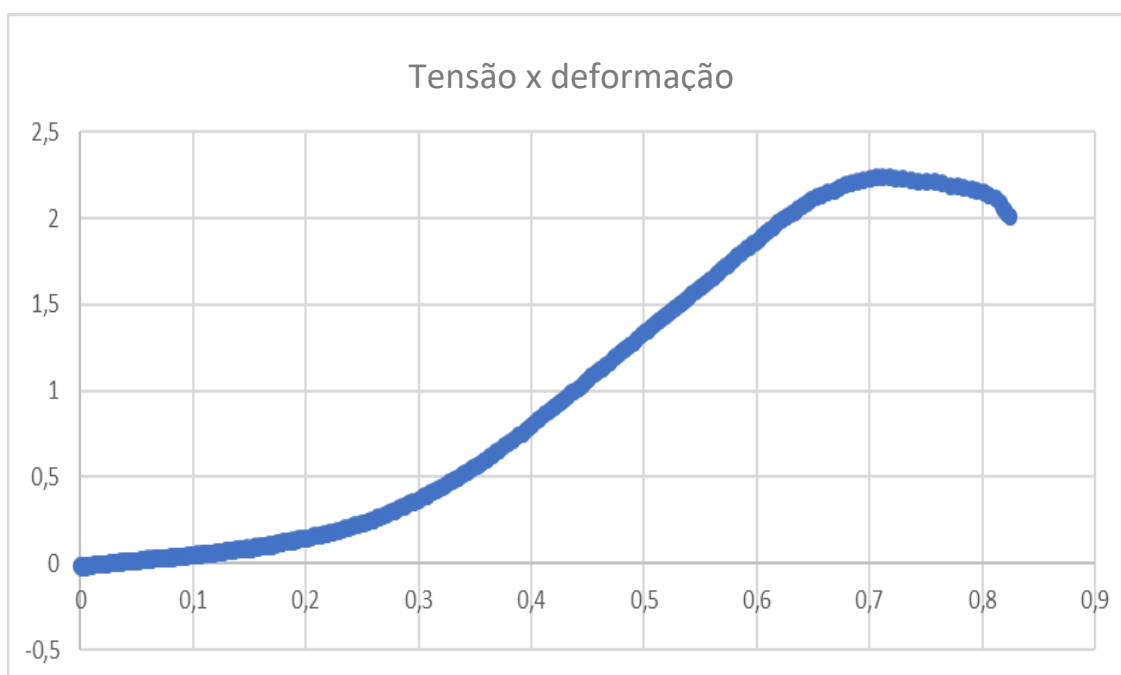


Fonte: Elaborado pela autora.

5.6 Ensaio de resistência à tração

Os gráficos de tensão x deformação representativos dos três grupos analisados neste ensaio (NF/ABS, NF/PA6 e NF/PS) estão demonstrados nas Figuras 37, 38 e 39, neles pode-se observar o comportamento não linear dos materiais. Os valores médios e de desvio padrão do módulo de elasticidade dos três grupos estão demonstrados na Tabela 5.

Figura 37 – Gráfico de tensão x deformação padrão das amostras do grupo NF/ABS



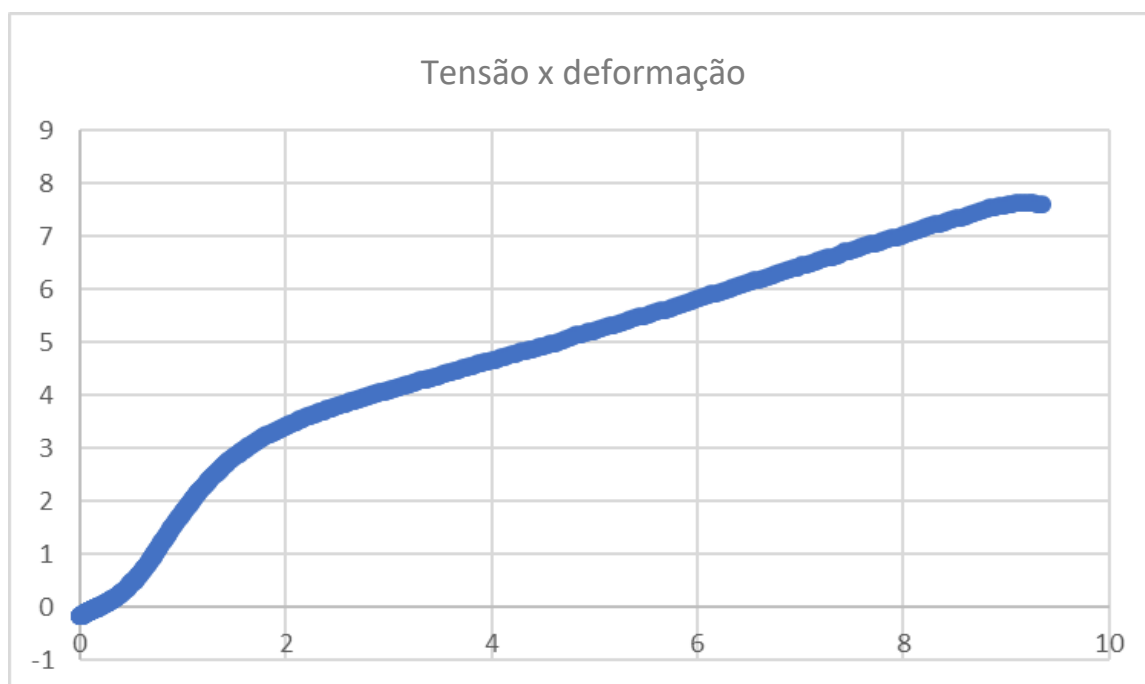
Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 5 – Valores médios do deslocamento e força necessários para o rompimento das dez amostras de mantas de NF/ABS

Amostra	Deslocamento (mm)	Força (N)
1	0,95	1,09
2	0,77	2,18
3	0,86	2,03
4	0,71	1,86
5	0,71	2,09
6	0,77	1,44
7	0,83	2,23
8	0,82	2,28
9	0,79	1,54
10	0,90	1,52
Média	0,81	1,86

Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 38 – Gráfico de tensão x deformação padrão das amostras do grupo NF/PA6



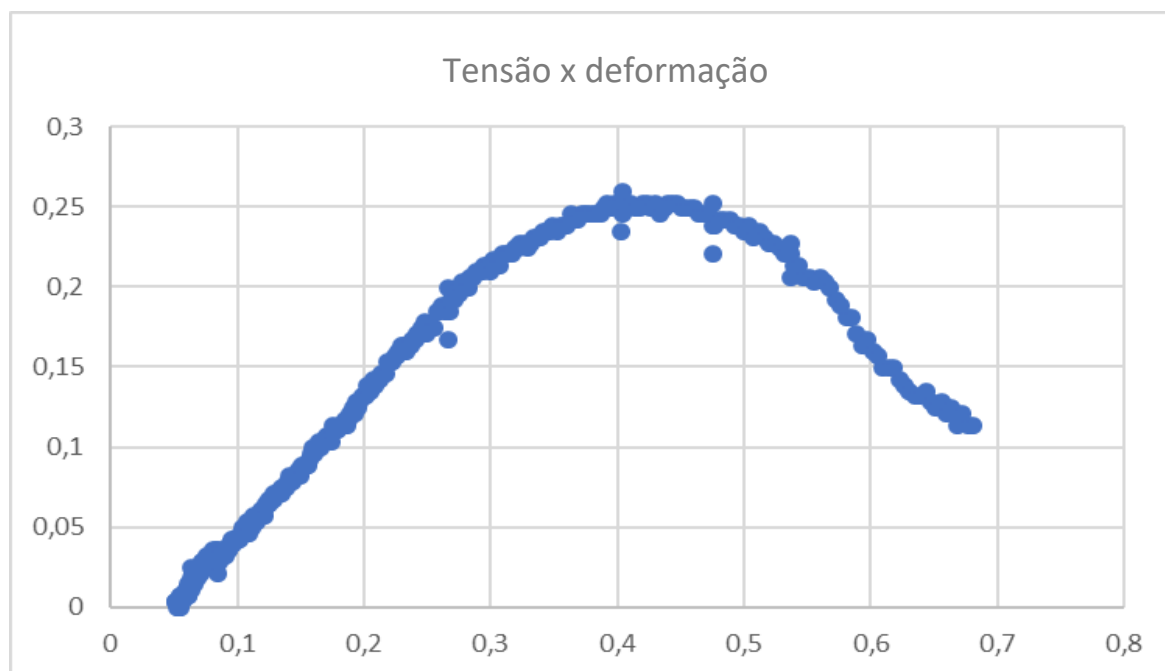
Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 6 – Valores médios do deslocamento e força necessários para o rompimento das dez amostras de mantas de NF/PA6

Amostra	Deslocamento (mm)	Força (N)
1	8,78	6,41
2	9,86	6,79
3	11,36	6,12
4	7,30	5,65
5	7,72	6,85
6	9,36	6,67
7	8,02	7,32
8	9,26	7,62
9	7,41	5,76
10	8,39	7,02
Média	8,75	6,62

Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 39 – Gráfico de tensão x deformação padrão das amostras do grupo NF/PS



Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 7 – Valores médios do deslocamento e força necessários para o rompimento das dez amostras de mantas de NF/PS

Amostras	Deslocamento (mm)	Força (N)
1	0,83	0,27
2	0,55	0,20
3	0,72	0,09
4	0,49	0,07
5	0,41	0,13
6	0,98	0,24
7	0,38	0,26
8	0,47	0,25
9	0,55	0,27
10	0,32	0,24
Média	0,57	0,20

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 8 – Valores médios e de desvio padrão do módulo de elasticidade (em MPa) dos três grupos tracionados (NF/ABS, NF/PA6 e NF/PS)

Grupo	Média	Desvio padrão
NF/ABS	2,023	0,3549
NF/PA6	4,413	0,4359
NF/PS	0,183	0,0724

Fonte: Elaborado pela autora.

5.7 Ensaio de resistência à fratura

Os valores médios e desvio padrão da resistência a flexão para os quatro grupos estão descritos na Tabela 9.

Tabela 9 - Análise descritiva dos valores médios e desvio padrão da resistência à flexão (em MPa) para os quatro grupos

Grupos	N	Média	DesvPad	IC de 95%
1	5	110,97	19,97	(98,94; 123,00)
2	5	97,09	4,53	(85,06; 109,12)
3	5	85,85	10,09	(73,82; 97,89)
4	5	92,74	11,11	(80,71; 104,78)

Fonte: Elaborado pela autora.

Os dados computados foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) um fator onde observou-se haver significância estatística ($p < 0,05$) para todos os grupos (Tabela 10), e Análise de Tukey (Tabela 11).

Tabela 10 - Análise de Variância (ANOVA) um fator da resistência a flexão (em MPa) para os quatro grupos

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Grupos	3	1686	561,9	3,49	0,040
Erro	16	2577	161,1		
Total	19	4263			

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 11 - Análise de comparação dos fatores de Tukey para os quatro grupos

Grupos	N	Média	Agrupamento	
Controle	5	110,97	A	
ABS	5	97,09	A	B
PS	5	92,74	A	B
PA6	5	85,85		B

Fonte: Elaborado pela autora.

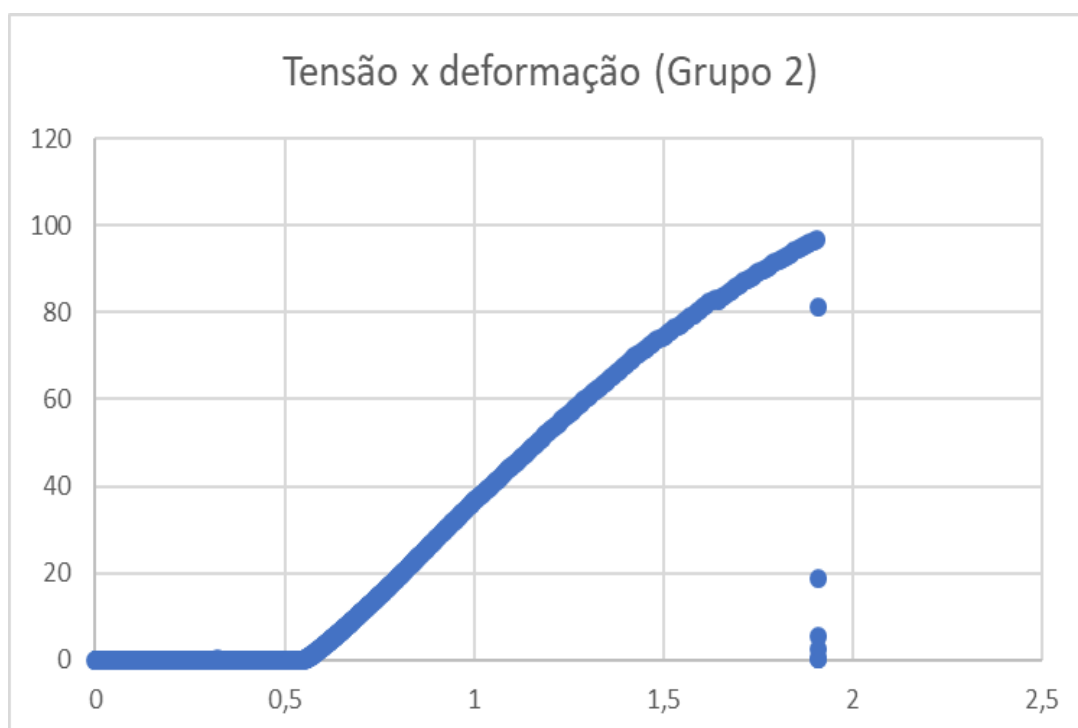
Nas Figuras 36 a 39 estão demonstrados os gráficos de tensão x deformação para os quatro grupos de corpos de prova.

Figura 40 – Gráfico de tensão x deformação padrão do Grupo 1



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 41 – Gráfico de tensão x deformação padrão do Grupo 2



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 42 – Gráfico de tensão x deformação padrão do Grupo 3



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 43 – Gráfico de tensão x deformação padrão do Grupo 4



Fonte: Elaborado pela autora.

Na Tabela 12, estão demonstrados os valores de módulo de elasticidade (em MPa) para os quatro grupos testados.

Tabela 12 – Valores dos módulos de elasticidade para os quatro grupos testados

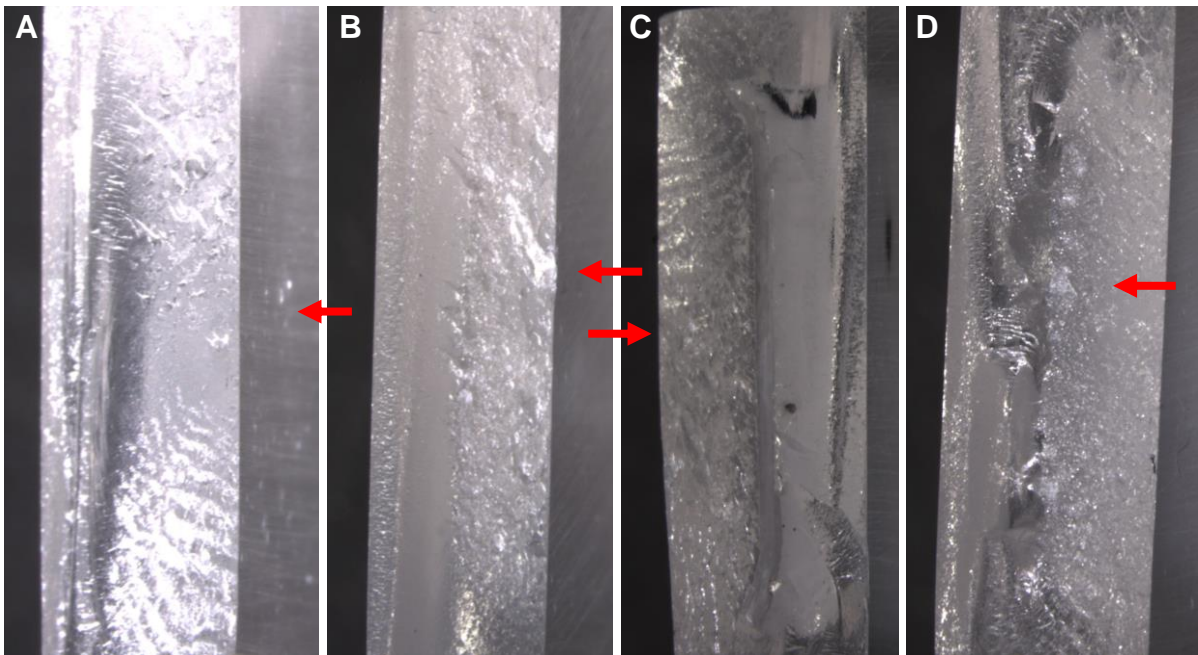
Grupo	Valores de módulo elástico (MPa)
1	67,29
2	65,80
3	86,45
4	93,10

Fonte: Elaborado pela autora.

5.8 Análise fractográfica

Na Figura 44 estão demonstradas as imagens de estereomicroscopia dos quatro grupos avaliados. Demonstrou-se que os defeitos que provavelmente originaram as fraturas dos espécimes foram predominantemente na superfície da RAAT.

Figura 44 – Imagens de estereomicroscopia dos corpos de prova fraturados

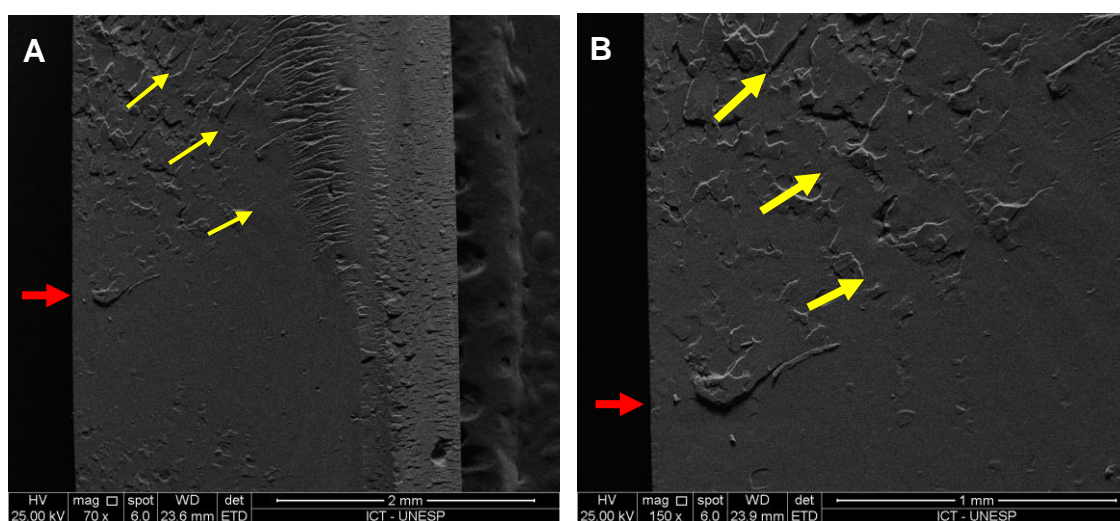


Legenda: A) Grupo 1; B) grupo 2; C) grupo 3; D) grupo 4. As setas vermelhas indicam a provável origem da fratura na superfície submetida à tração. Aumento de 10,2x.

Fonte: Elaborado pelo autor.

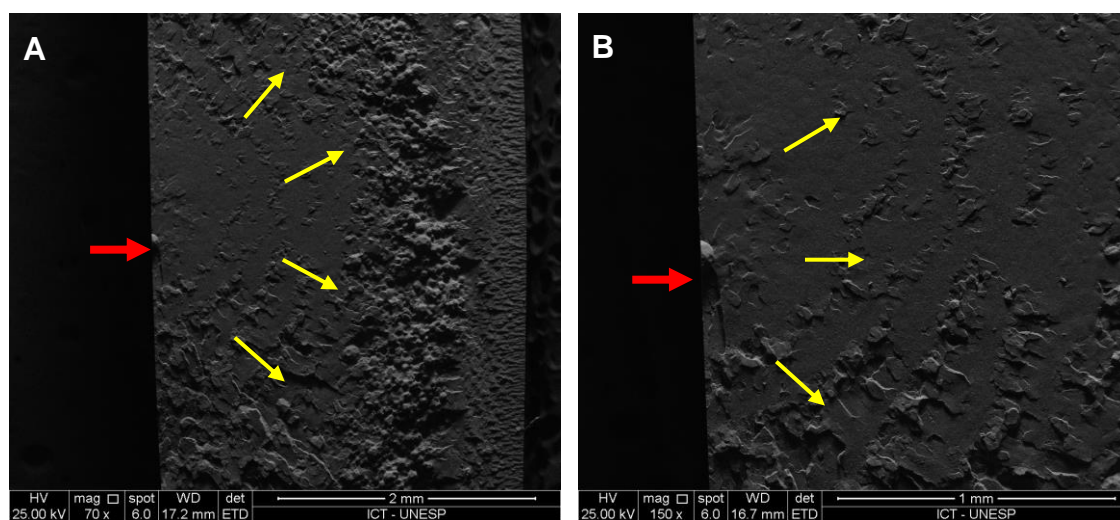
Um corpo de prova de cada um dos quatro grupos foi analisado em MEV (Figuras de 45 a 48). Observam-se as curvas de compressão em posição oposta à provável origem da fratura. As fraturas se originaram, em geral, a partir de defeitos localizados na superfície do material (lado de tração).

Figura 45 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados do Grupo 1



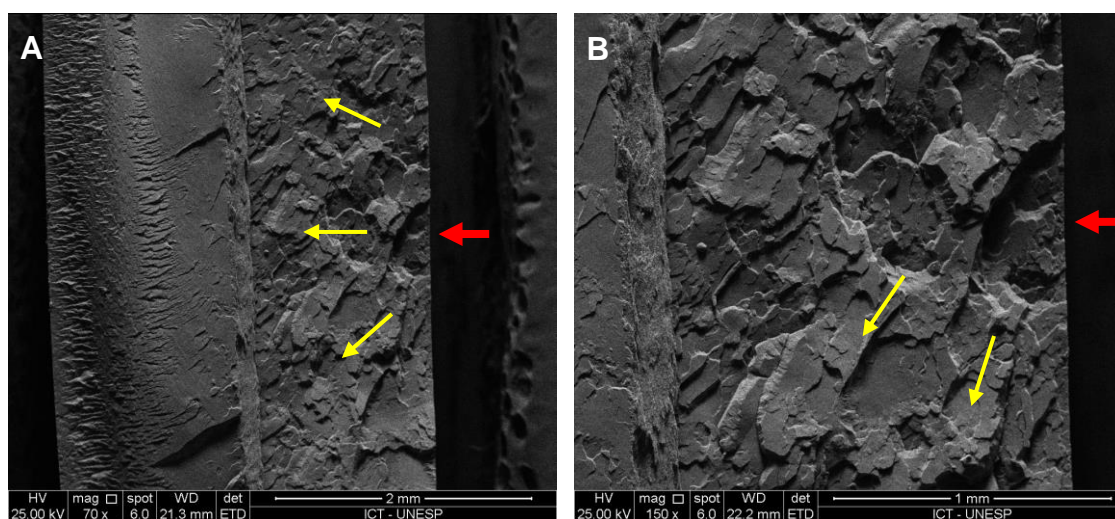
Legenda: A) 70x aumento; B) 150x aumento. Seta vermelha: provável origem da fratura. Seta amarela: caminho percorrido pela trinca.
Fonte Elaborado pela autora.

Figura 42 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados do grupo 2



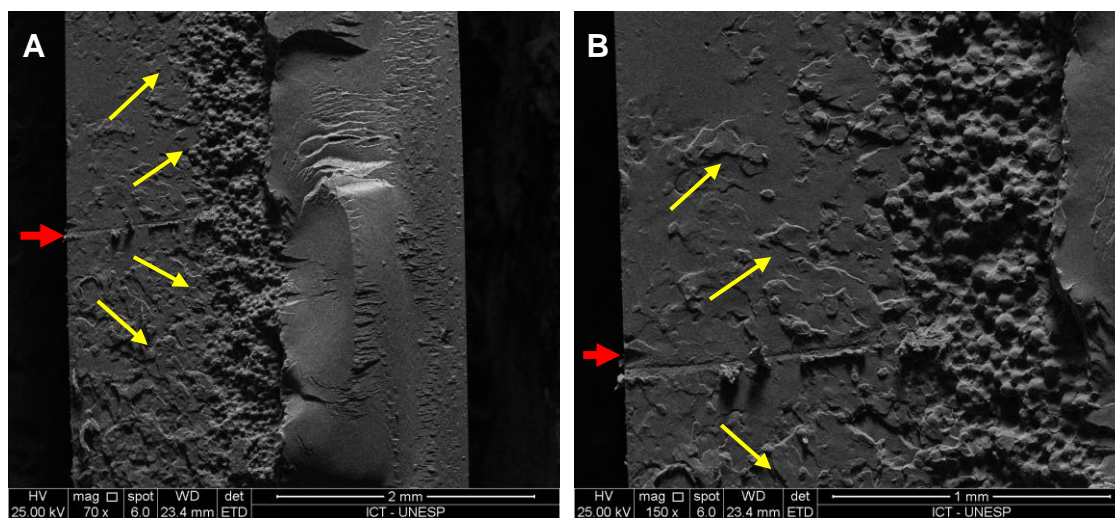
Legenda: A) 70x aumento; B) 150x aumento. Seta vermelha: provável origem da fratura. Seta amarela: caminho percorrido pela trinca.
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 43 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados do Grupo 3



Legenda: A) 70x aumento; B) 150x aumento. Seta vermelha: provável origem da fratura. Seta amarela: caminho percorrido pela trinca.
Fonte Elaborado pela autora.

Figura 44 – Micrografias representativas dos espécimes fraturados do grupo 4



Legenda: a) 70x aumento; b) 150x aumento. Seta vermelha: provável origem da fratura. Seta amarela: caminho percorrido pela trinca.
Fonte Elaborado pela autora.

6 DISCUSSÃO

O intuito desse estudo foi preencher a lacuna ainda existente relacionada ao desenvolvimento de um método eficaz na melhora das propriedades mecânicas da RAAT. O PMMA é um polímero utilizado para a confecção da base de PTs desde a década de 1940 e, apesar de suas características satisfatórias, apresenta a fratura como uma de suas principais deficiências (Beyli, von Fraunhofer, 1981; Uzun et al., 1999; Yunus et al., 1994).

6.1 Produção das NFs pelo processo de eletrofiação

Optou-se por utilizar NFs de três polímeros distintos: ABS, PA6 e PS. Para isso, aplicou-se a técnica da eletrofiação, devido à sua simplicidade e capacidade de produção de mantas não tecidas de fibras em escala nanométrica e que pode ser aplicado a polímeros sintéticos e naturais (Celia et al., 2013; Huang et al., 2003).

Sabe-se que este processo depende de alguns parâmetros como: fluxo em que a solução é ejetada, diferença de potencial que gera o campo elétrico, a distância da ponta da agulha ao coletor e o diâmetro da agulha (Costa et al., 2012; Huang et al., 2003), além da umidade, temperatura e viscosidade da solução. A variação destes influencia diretamente a morfologia das fibras. Casper et al. (2004) descreveram a dificuldade na eletrofiação do PS em ambientes com umidade relativa do ar superior a 50%. A temperatura e porcentagem de umidade foram mantidas constantes durante a eletrofiação respectivamente em: 23,4°C e 40% para NF/ABS; 24,7°C e 34% para NF/PA6; e 23,6°C e 38% para NF/PS.

A fim de se otimizar a produção das NFs, foram variados: a distância da ponta da agulha ao coletor (10, 15 e 18 cm) e tensão aplicada (10, 13 e 15 kV). Tanto o diâmetro da agulha (0,7 mm²) quanto o fluxo da solução (0,5 ml/h para NF/ABS e 1 ml/h para NF/PA6 e NF/PS) foram mantidos constantes.

O uso da rotação em alta velocidade (6000 rpm) levou a coleta de NFs alinhadas. Borges et al. (2015) demonstraram que a coleta em uma velocidade

menor resulta no desalinhamento das fibras.

6.2 Caracterização das NFs sintetizadas

Ao observar as micrografias em MEV (Figuras 16, 17 e 18) é possível notar que todas as amostras resultaram na formação de fibras uniformes, com a ausência ou poucos beads. O diâmetro das fibras variou entre 1,331 a 0,698 μm para o grupo NF/ABS (Tabela 1). A amostra padrão escolhida para esse grupo foi a ABS 3, com tensão aplicada de 15 kV e distância da ponta da agulha ao coletor de 10 cm.

Para o grupo NF/PA6, o diâmetro variou entre 0,542 e 0,321 μm (Tabela 2), sendo a amostra padrão a PA6 1, com tensão de 10 kV e distância de 10 cm. Por fim, no grupo NF/PS o diâmetro das fibras variou entre 0,843 e 0,117 μm (Tabela 3), a amostra escolhida foi a PS 2, com tensão utilizada de 10 kV e distância de 10 cm.

Estas três amostras foram submetidas aos testes de caracterização físico-química, sendo produzidas em maior quantidade com auxílio de coletor rotatório (6000 rpm) num total de 10 horas para o grupo NF/ABS e 5 horas para os restantes, NF/PA6 e NF/PS. Isto resultou em mantas de NFs alinhadas, que apresenta capacidade maior de reforço que NFs do tipo desalinhadas (Borges et al., 2015).

A análise da molhabilidade consiste no ângulo formado entre a fase sólida de um material e a tangente formada na interface líquido/ar (Wulf et al., 1999). Segundo Kwok et al. (1999), este ângulo varia de acordo com a característica do material: para $\theta = 0^\circ$ a superfície pode ser considerada hidrófila, entre 0° e 90° é considerada predominantemente hidrófila, entre 90° e 180° é predominantemente hidrófoba e, se for igual a 180° , é totalmente hidrófoba.

As amostras analisadas apresentaram o mesmo comportamento e não tiveram diferença estatisticamente significativa, sendo assim, todas foram consideradas predominantemente hidrófobas como demonstrado na Tabela 4. Essa análise corrobora com achados na literatura para os três grupos de NFs (Celia et al., 2013; Chiu et al., 2016; Galvan et al., 2012; Huan et al., 2015; Kang et al., 2008; Zhang, Chase, 2016).

O padrão da análise de DRX para NF/ABS e NF/PS está demonstrado nas

Figuras 23 e 25. Ambos não apresentam linhas de difração acentuadas e a área de espalhamento sugere a presença de natureza amorfa. Segundo Galvan et al. (2012), o ABS é caracterizado assim, pois possui uma estrutura não cristalina. Na Figura 24 pode-se observar o padrão característico para NF/PA6, demonstrando sua natureza cristalina (Bezerra et al., 2014; Giller et al., 2010).

A análise de FTIR fornece informações sobre os constituintes moleculares dos polímeros. O ABS, que possui como fórmula molecular $(C_8H_8 \cdot C_4H_6 \cdot C_3H_3N)_n$, tem seus espectros FTIR demonstrados na Figura 26, onde é possível identificar bandas de transmitância 911, 1495, 1638, 2237, 3000 e 3200 cm^{-1} , características desse polímero. Segundo Li et al. (2004), a banda vibratória da unidade de acrilonitrila, representada pela ligação $C \equiv N$, aparece em cerca de 2237 cm^{-1} . A absorção em 1638 cm^{-1} representa vibração de banda da ligação dupla $C=C$ das unidades de butadieno, enquanto a vibração do anel aromático da unidade de estireno aparece em 1495 cm^{-1} . A ligação $C-H$ é observada em 967 cm^{-1} para 1,4 butadieno e 911 cm^{-1} para 1,2 butadieno.

A Figura 27 mostra os espectros de NF/PA6, de fórmula molecular $(C_6H_{11}NO)_n$, onde é possível verificar as bandas 929, 1203, 1369, 1544, 1645, 2931 e 3300 cm^{-1} . Segundo Lee et al. (2008), a banda 929 cm^{-1} , se refere ao grupo funcional amida CONH. Já as bandas 1203 e 1369 cm^{-1} representam o grupo amida III e as respectivas bandas 1544 e 1645 cm^{-1} , amidas II e I. As bandas 2931 e 3300 cm^{-1} caracterizam os grupos CH_2 e NH.

A Figura 28, por sua vez, mostra os espectros de NF/PS, que possui a fórmula molecular $(C_8H_8)_n$. Os picos característicos de 700, 1456, 1494, 2928 e 3023 cm^{-1} podem ser atribuídos às várias bandas de absorção do PS. As bandas de absorção em 3023 e 2928 cm^{-1} correspondem às vibrações simétricas e assimétricas em $C-H$, respectivamente. As bandas em 1456 e 1494 cm^{-1} são atribuídos a vibrações de flexão e a banda 700 cm^{-1} corresponde ao benzeno (Paragusan et al., 2019).

6.3 Ensaio de resistência à tração

Em relação ao ensaio de tração, as mantas de NF/ABS, NF/PA6 e NF/PS apresentaram resistência em média de: 2,02; 4,41; 0,18 Mpa. Borges et al. (2015) encontraram uma média de 5.9 MPa para o PA6. Tanto a manta de ABS quanto a de PS, que apresentaram os valores médios menores, exibiam uma característica de “desfio” quando manipulados.

6.4 Ensaio de resistência à fratura

A análise da resistência à flexão permitiu estudar os três diferentes polímeros incluídos em RAAT, comparando-os com um grupo controle, sem NFs. Os valores médios (em MPa) dos quatro grupos foram superiores ao valor padrão estabelecido na norma ISO 1567 (1999) que indicou a resistência à flexão para RAAT convencional ou por energia de micro-ondas, em cerca de 65 Mpa. Paes-Junior (2005), ao estudar a mesma resina para micro-ondas, obteve resultado médio de 79,76 MPa.

As malhas posicionadas ao longo da barra, por ação mecânica e por união química à resina, podem aumentar sua resistência flexural, visto que em todos os corpos de prova, quando fraturados, essa permanecia unida pelas fibras em seu interior. Entretanto, Jagger et al. (1999) afirmaram que a incorporação de fibras não resulta em grandes ganhos para resistência a flexão e sua incorporação está limitada a 20% do peso da resina para não causar danos à estrutura da prótese.

Os valores obtidos do módulo de elasticidade para o Grupo 1 (Controle) foi de 67,29 MPa. Para o Grupo 2 (RAAT + NF/ABS), houve diminuição para 65,80 MPa. Para os Grupos 3 (RAAT + NF/PA6) e 4 (RAAT + NF/PS) o módulo elástico aumentou para 86,45 e 93,10, respectivamente, mostrando-se capazes de conferir maior rigidez ao material.

Propõe-se que mais estudos sejam realizados a fim de explorar as propriedades mecânicas dos polímero PS, que apresentou um potencial para o

reforço da RAAT. Além disso, é necessário o suplemento de trabalhos na literatura sobre este assunto, ainda pouco estudado, e o uso dos polímeros ABS e PS para o reforço de materiais odontológicos.

Propõe-se, também, que as NF/PS sejam incluídas em PTs, para a análise influência das fibras em suas propriedades mecânicas, além da determinação de seu volume, distribuição e localização. Análises computacionais (análise de elementos finitos) podem ser utilizadas para a compreensão da distribuição das tensões nesse caso.

7 CONCLUSÃO

Com base nesse trabalho, pode-se concluir que:

- A técnica da eletrofiação foi promissora na síntese de mantas de NFs alinhadas dos polímeros ABS, PA6 e PS. A variação dos parâmetros resultou em NFs uniformes, volumosas, com diâmetros adequados e sem *beads*;
- As caracterizações físico-químicas mostraram que as fibras apresentam um caráter hidrofóbico e demonstraram que não houve mudança na estrutura cristalina e molecular dos três polímeros;
- Os Grupos 3 e 4 (NF/PA6+RAAT e NF/PS+RAAT) possuíram um maior módulo elástico, conferindo maior rigidez ao material.

REFERÊNCIAS*

Agostinho ACMG, Campos ML, Calvet JLGC. Edentulismo, uso de prótese e autopercepção de saúde bucal entre idosos. *Rev Odontol UNESP*. 2015;44(2):74-9. doi:10.1590/1807-2577.1072.

Ahmed FE, Lalia BS, Hashaike R. A review on electrospinning for membrane fabrication: challenges and applications. *Desalination*. 2015;356:15-30. doi: 10.1016/j.desal.2014.09.033.

Alla RK, Suresh Sajjan MC, Ramaraju AV, Ginjupalli K, Upadhya N. Influence of fiber reinforcement on the properties of denture base Resins. *J Biomater Nano Biotech*. 2013;4(1):91-7. doi: 10.4236/jbnb.2013.41012.

Allafchian AR, Gholamian M, Mohammadi J. Desulfurization of gasoline using acrylonitrile electrospun nanofibers and lead nanoparticles. *Int J Environ Sci Technol*. 2017;(14):1489–96. doi: 10.1007/s13762-017-1266-6.

Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. *Phillips Materiais Dentários*. 12^a ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2013.

Asopa V, Suresh S, Khandelwal M, Sharm V, Asopa SS, Kaira LS. A comparative evaluation of properties of zirconia reinforced high impact acrylic resin with that of high impact acrylic resin. *Saudi J Dent Res*. 2015;6(2):146–51. doi: 10.1016/j.sjdr.2015.02.003.

Balch JH, Smith PD, Marin MA, Cagna DR. Reinforcement of a mandibular complete denture with internal metal framework. *J Prosthet Dent*. 2013 Mar;109(3):202-5. doi: 10.1016/S0022-3913(13)60045-1. PubMed PMID: 23522371.

Barbato PR, Nagano HCM, Zanchet FN, Boing AF, Peres MA. Perdas dentárias e fatores sociais, demográficos e de serviços associados em adultos brasileiros: uma análise dos dados do Estudo Epidemiológico Nacional (Projeto SB Brasil 2002-2003). *Cad Saúde Pública*. 2007;23(8):1803-14.

Bazbouz MB, Stylios GK. The Tensile Properties of Electrospun Nylon 6 Single Nanofibers. *J Polym Sci Part B: Polym Phys*. 2010;48:1719–31. doi: 10.1002/polb.21993.

Beyli MS, von Fraunhofer JA. An analysis of causes of fracture of acrylic resin dentures. *J Prosthet Dent*. 1981 Sep;46(3):238-41. doi: 10.1016/0022-3913(81)90206-7. PubMed PMID:7021802.

Bezerra EB, Leite AMD, Araújo EM, Mélo TJA. Obtenção e Caracterização de Membranas Obtidas a partir de Blandas Poliméricas de Poliamida 6. *Polímeros*. 2014;24(3):381-7. doi: 10.4322/polimeros.2014.023.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [cited 2019 Jan 2019]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Available from: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Borges ALS, Münchow EA, de Oliveira Souza AC, Yoshida T, Vallittu PK, Bottino MC. Effect of random/aligned nylon-6/MWCNT fibers on dental resin composite reinforcement. *Mech Behav Biomed Mater*. 2015 Aug;48:134-44. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.03.019. Epub 2015 Apr 1. PubMed PMID: 25933169.

Cardoso M, Balducci I, Telles Dde M, Lourenço EJ, Nogueira Júnior L. Edentulism in Brazil: trends, projections and expectations until 2040. *Cien Saúde Colet*. 2016 Apr;21(4):1239-46. doi: 10.1590/1413-81232015214.13672015.

Casper CL, Stephens JS, Tassi NG, Chase DB, Rabolt JF. Controlling Surface Morphology of Electrospun Polystyrene Fibers: Effect of Humidity and Molecular Weight in the Electrospinning Process. *ACS Mater Lett*. 2004;37:573-8. doi: 10.1021/ma0351975.

Celia E, Darmanin T, de Givenchy ET, Amigoni S, Guittard F. Recent advances in designing superhydrophobic surfaces. *J Colloid Interface Sci*. 2013 Jul 15;402:1-18. doi: 10.1016/j.jcis.2013.03.041. Epub 2013 Apr 10. PubMed PMID: 23647693.

Chen X, Wei S, Gunesoglu C, Zhu J, Southworth CS, Sun L, et al. Electrospun magnetic fibrillar polystyrene nanocomposites reinforced with nickel nanoparticles. *Macromol Chem Phys*. 2010;211:1775-83. doi: 10.1002/macp.201000153.

Cheng ML, Lin CC, Su HL, Chen PY, Sun YM. Processing and characterization of electrospun poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyhexanoate) nanofibrous membranes. *Polymer*. 2008;49(2):546-53. doi: 10.1016/j.polymer.2007.11.049.

Cheng YY, Cheung WL, Chow TW. Strain analysis of maxillary complete denture with three-dimensional finite element method. *J Prosthet Dent*. 2010 May;103(5):309-18. doi: 10.1016/S0022-3913(10)60064-9. PubMed PMID: 20416415.

Chiu YJ, Chi MH, Liu YH, Chen JT. Fabrication, Morphology Control, and Electroless Metal Deposition of Electrospun ABS Fibers. *Macromol Mater Eng*. 2016 May;301:895-901. doi: 10.1002/mame.201600100.

Chronakis IS. Novel nanocomposites and nanoceramics based on polymer nanofibers using electrospinning process – a review. *J Mater Process Technol*. 2005;167:283-93. doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.06.053.

Cooley JF. Apparatus for electrically dispersing fluids. US Patent Specification 692631. 1902 Feb 4.

Costa RGF, Oliveira JE, Paula GF, Picciani PHS, Medeiros ES, Ribeiro C, et al. Eletrofiação de polímeros em solução. Parte II: aplicações e perspectivas. *Polímeros*. 2012;22(2):178-85. doi: 10.1590/S0104-14282012005000026.

De Marchi RJ, Hugo FN, Hilgert JB, Padilha DM. Number of teeth and its association with central obesity in older Southern Brazilians. *Community Dent Health*. 2012;29(1):85-9. PubMed PMID: 22482256.

Demir MM, Yilgor I, Yilgor E, Erman B. Electrospinning of polyurethane fibers. *Polymer*. 2002 May;43(11):3303-9. doi: 10.1016/S0032-3861(02)00136-2.

Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Shaul KL, Laffoon JE, Qian F. Flexural and fatigue strengths of denture base resin. *J Prosthet Dent*. 2008 Jul;100(1):47-51. doi: 10.1016/S0022-3913(08)60136-5. PubMed PMID: 18589074.

Doğan OM, Bolayir G, Keskin S, Doğan A, Bek B, Boztuğ A. The effect of esthetic fibers on impact resistance of a conventional heat-cured denture base resin. *Dent Mater J*. 2007 Mar;26(2):232-9. PubMed PMID: 17621939.

Emami E, de Souza FR, Kabawat M, Feine JS. The Impact of Edentulism on Oral and General Health. *Int J Dent*. 2013;498305. doi: 10.1155/2013/498305. Epub 2013 May 8. PubMed PMID: 27409075.

Faot F, Costa MA, Del Bel Cury AA, Rodrigues Garcia RC. Impact strength and fracture morphology of denture acrylic resins. *J Prosthet Dent*. 2006 Nov;96(5):367-73. doi: 10.1016/j.prosdent.2006.08.001. PubMed PMID: 17098501.

Felton DA. Edentulism and comorbid factors. *J Prosthodont*. 2009 Feb;18(2):88-96. doi: 10.1111/j.1532-849X.2009.00437.x. PubMed PMID: 20446489.

Fong H. Electrospun nylon 6 nanofiber reinforced BIS-GMA/TEGDMA dental restorative composite resins. *Polymer*. 2004;(45)2427-32. doi: 10.1016/j.polymer.2004.01.067.

Fonseca GF. Síntese e caracterização de scaffolds de Pcl/Biovidro: estudo in vitro da biocompatibilidade e da diferenciação celular [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2018.

Gad MM, Fouda SM, Al-Harbi FA, Nöpänkangas R, Raustia A. PMMA denture base material enhancement: a review of fiber, filler, and nanofiller addition. *Int J Nanomedicine*. 2017 May 17;12:3801-12. doi: 10.2147/IJN.S130722. PubMed PMID: 28553115.

Galvan D, Carneiro F, Mazzuco M, Bartoli JR, d'Ávila MA, Morales AR, Fernandes EG. Effect of organoclay mixture on the rheological properties of ABS-clay nanocomposites. *Macromol Symp*. 2012;319:167-72. doi: 10.1002/masy.201100165.

Giller CB, Chase B, Rabolt JF, Snively CM. Effect of solvent evaporation rate on the crystalline state of electrospun Nylon 6. *Polymer*. 2010 Aug;51(18):4225-30. doi: 10.1016/j.polymer.2010.06.057.

Gonçalves FCP. Influência da utilização de uma fibra de nylon modificada, na resistência à flexão e alteração dimensional de resinas acrílicas [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia de São José dos Campos; 2012.

Heikkilä P, Harlin A. Parameter study of electrospinning of Polyamide-6. *Eur Polymer J.* 2008;44(10):3067-79. doi: 10.1016/j.eurpolymj.2008.06.032.

Hirajima Y, Takahashi H, Minakuchi S. Influence of a denture strengthener on the deformation of a maxillary complete denture. *Dent Mater J.* 2009 Jul;28(4):507-12. doi: 10.4012/dmj.28.507. PubMed PMID: 19721290.

Hsieh HC, Chen JY, Lee WY, Bera D, Chen WC. Stretchable Fluorescent Polyfluorene/Acrylonitrile Butadiene Rubber Blend Electrospun Fibers through Physical Interaction and Geometrical Confinement. *Macromol Rapid Commun.* 2018 Mar;39(5). doi: 10.1002/marc.201700616. PubMed PMID: 29210500.

Huan S, Liu G, Han G, Cheng W, Fu Z, Wu Q, et al. Effect of experimental parameters on morphological, mechanical and hydrophobic properties of electrospun polystyrene fibers. *Mater.* 2015;8:2718-34. doi:10.3390/ma8052718.

Huang CN, Wu CM, Lo HW, Lai CC, Teng WF, Liu LC, et al. Synthesis and Physical Properties of Non-Crystalline Nylon 6 Containing Dimer Acid. *Polymers (Basel).* 2019 Feb 25;11(2). doi: 10.3390/polym11020386. PubMed PMID: 30960370.

Huang ZM, Zhang YZ, Kotaki M, Ramakrishna S. A Review on Polymers Nanofibers by Electrospinning and Their Applications in Nanocomposites. *Comp Sci Tech.* 2003;63(15):2223-53. doi: 10.1016/S0266-3538(03)00178-7.

Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística – IBGE. Pesquisa nacional de saúde: 2013: acesso e utilização dos serviços de saúde, acidentes e violências: Brasil, grandes regiões e unidades da federação. Rio de Janeiro: IBGE, 2015.

International Standardization Organization – ISO. ISO 1567: dentistry - denture base polymer. Geneva: ISO; 1999.

Jagger DC, Harrison A, Jandt KD. The reinforcement of dentures. *J Oral Rehabil.* 1999 Mar;26(3):185-94. doi: 10.1046/j.1365-2842.1999.00375.x. Pubmed PMID: 10194725.

Jagger DC, Jagger RG, Allen SM and Harrison A. An investigation into the transverse and impact strength of “high strength” denture base acrylic resins. *J Oral Rehabil.* 2002 Mar;29(3):263-7. doi: 10.1046/j.1365-2842.2002.00830.x. PubMed PMID: 11896843.

Jagger DC, Harrison A, Jagger RG, Milward P. The effect of the addition of poly(methyl methacrylate) fibres on some properties of high strength heat-cured acrylic resin denture base material. *J Oral Rehabil.* 2003 Mar;30(3):231-5. doi: 10.1046/j.1365-2842.2003.01078.x. Pubmed PMID: 12588493.

Kallio TT, Lastumäki TM, Vallitu PK. Bonding of restorative and veneering composite resin to some polymeric composites. *Dent Mat.* 2001 Jan;17(1):80-6. doi: 10.1016/S0109-5641(00)00064-6. PubMed PMID: 11124417.

Kang M, Jung R, Kim HS, Jin HJ. Preparation of superhydrophobic polystyrene membranes by electrospinning. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2008 Feb;313–314:411-4. doi: 10.1016/j.colsurfa.2007.04.122.
Kelly E. Fatigue failure in denture base polymers. *J Prosthet Dent*. 1969 Mar;21(3):257-66. doi: 10.1016/0022-3913(69)90289-3. Pubmed PMID: 5251347.

Krunić N, Kostić M, Petrović M, Igić M. Oral health-related quality of life of edentulous patients after complete dentures relining. *Vojnosanit Pregl*. 2015 Apr;72(4):307-11. doi: 10.2298/vsp1504307k. Pubmed PMID: 26040175.

Kwok DY, Neumann AW. Contact angle measurement and contact angle interpretation. *Adv Colloid Interface Sci*. 1999 Sep;81(3):167-249. doi: 10.1016/S0001-8686(98)00087-6.

Lambrecht JR, Kydd WL. A functional stress analysis of the maxillary complete denture base. *J. Pros. Den* 1962. Sept-Oct;12(5):865–72. doi: 10.1016/0022-3913(62)90039-2.

Lee KH, Kim KW, Pesapane A, Kim HY, Rabolt JF. Polarized FT-IR Study of Macroscopically Oriented Electrospun Nylon-6 Nanofibers. *Macromolecules* 2008; 41(4):1494-8. doi: 10.1021/ma701927w.

Li D, Xia Y. Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel? *Adv Mater*. 2004;16(14):1151–70. doi: 10.1002/adma.200400719.

Liu G, Liao Y, Ma X. Thermal behavior of vehicle plastic blends contained acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) in pyrolysis using TG-FTIR. *Waste Manag*. 2017 Mar;61:315-26. doi: 10.1016/j.wasman.2017.01.034. Epub 2017 Feb 1. PubMed PMID: 28161337.

Matthews E, Wain EA. Stresses in denture bases. *Br Dent J*. 1965;100:167-71.

Meng TR Jr, Latta MA. Physical Properties of Four Acrylic Denture Base Resins. *J Contemp Dent Pract*. 2005 Nov 15;6(4):93-100. PubMed PMID: 16299611.

Montenegro RSP, Serfaty ME. Aspectos gerais do poliestireno. *BNDES Setorial*. 2002 Set;(16):123-36.

Morton WM. Method of dispersing fluids. US Patent Specification 705691. 1902 Jul.

Moreira RS, Nico LS, Tomita NE. O risco espacial e fatores associados ao edentulismo em idosos em município do Sudeste do Brasil. *Cad Saúde Pública*. 2011 Out;27(10):2041-54. doi: 10.1590/s0102-311x2011001000017. PubMed PMID:22031208.

Mowade TK, Dange SP, Thakre MB, Kamble VD. Effect of fiber reinforcement on impact strength of heat polymerized polymethyl methacrylate denture base resin: in vitro study and SEM analysis. *J Advanced Prosthodont*. 2012;4(1):30-6. doi: 10.4047/jap.2012.4.1.30. Epub 2012 Feb 29. PubMed PMID: 22439098.

Paes-Junior TJA. Estudo das resinas acrílicas para bases de próteses totais com relação à resistência flexural, e à quantidade de monômero residual superficial [tese]. São Paulo (SP): Universidade de São Paulo (USP), Faculdade de Odontologia; 2005. doi: 10.11606/T.23.2005.tde-14102005-122104.

Paes-Junior TJA, de Castro HL, Borges ALS, Della Bona A, Gonçalves FCP. A Novel Silica-Nylon Mesh Reinforcement for Dental Protheses. *Adv Mater Sci Eng*. 2017. doi: 10.1155/2017/3709171.

Paragusan H, Ponnamma D, Hassan MK, Adham S, Al-Maadeed MAA. Designing Carbon Nanotube-Based Oil Absorbing Membranes from Gamma Irradiated and Electrospun Polystyrene Nanocomposites. *Materials (Basel)*. 2019 Feb 28;12(5). doi: 10.3390/ma12050709. PubMed PMID: 30823392.

Pires-de-Souza FCP, Panzeri H, Vieira MA, Garcia LFR, Consani S. Impact and Fracture Resistance of an Experimental Acrylic Polymer with Elastomer in Different Proportions. *Mat Res*. 2009;12(4):415-8. doi: 10.1590/S1516-14392009000400007.

Rees JS, Huggett R, Harrison A. Finite element analysis of the stress-concentrating effect of fraenal notches in complete dentures. *Int J Prosthodont*. 1990 May-Jun;3(3):238-40. Pubmed PMID: 2083009.

Regli CP, Kydd W. A preliminary study of the lateral deformation of metal base dentures in relation to plastic base dentures. *J Prost Dent*. 1953 May;3(3):326-30. doi: 10.1016/0022-3913(53)90007-9.

Rosa AGF, Fernandez RAC, Pinto VG, Ramos RL. Condições de saúde bucal em pessoas de 60 anos ou mais no Município de São Paulo (Brasil). *Rev Saúde Públ*. 1992;26(3):155-60. doi: 10.1590/S0034-89101992000300005.

Rutledge GC, Fridrikh SV. Formation of fibers by electrospinning. *Adv Drug Deliv Rev*. 2007;59(14):1384-91. doi: 10.1016/j.addr.2007.04.020.

Santos JD. Síntese, caracterização e atividade antimicrobiana de nanofibras de polietilmetacrilato / nistatina produzidas por eletrofiação [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2017.

Sekinishi T, Inukai S, Murakami N, Wakabayashi N. Influence of denture tooth thickness on fracture mode of thin acrylic resin bases: An experimental and finite element analysis. *J Prosthet Dent*. 2015 Jul;114(1):122-9. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.11.011. Epub 2015 Mar 17. Pubmed PMID: 25791505.

Sen R, Zhao B, Perea D, Itkis ME, Hu H, Love J, et al. Preparation of Single-Walled Carbon Nanotube Reinforced Polystyrene and Polyurethane Nanofibers and Membranes by Electrospinning. *Nano Lett.* 2004 Jan;4(3):459-64. doi: 10.1021/nl035135s.

Seo RS, Murata H, Hong G, Vergani CE, Hamada T. Influence of thermal and mechanical stresses on the strength of intact and relined denture bases. *J Prosthet Dent.* 2006 Jul;96(1):59-67. doi: 10.1016/j.prosdent.2006.05.007. Pubmed PMID: 16872932.

Sill TJ, Recum HA. Electrospinning: Applications in drug delivery and tissue engineering. *Biomaterials.* 2008;29(13):1989-2006. doi: 10.1016/j.biomaterials.2008.01.011.

Singh RK, Kundra S, Rani S. A Prevalence Based Evaluation of Etiology and Site of Fracture of Acrylic Resin Dentures: A Survey Based Original Study. *J Adv Med Dent Scie Res.* 2017;5(9):11-4. doi:10.21276/jamdsr.2017.5.9.03.

Sithornkul S, Threepopnatkul P. Control of Mechanical Properties and Permeability of Electrospun Natural Rubber with Different Composite Systems. *Adv Mat Research.* 2010;93-94:619-22. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.93-94.619.

Stafford GD, Huggett R, MacGregor AR, Graham J. The use of Nylon as a Denture-base Material. *J Dent.* 1986 Feb;14(1):18-22. doi: 10.1016/0300-5712(86)90097-7. PubMed PMID: 3469234.

Tandon R, Gupta S, Agarwal KS. Denture Base Materials: From Past to Future. *Indian J Dent Sci.* 2010;(2):33-9.

Tang X, Bi C, Han C, Zhang B. A new palladium-free surface activation process for Ni electroless plating on ABS plastic. *Mat Let.* 2009(63);840-2. doi: 10.1016/j.matlet.2009.01.006.

Teo WE, Ramakrishna S. A review on electrospinning design and nanofibre assemblies. *Nanotechnology.* 2006;17(14):89-106. Pubmed PMID: 19661572.

The Glossary of Prosthodontic Terms: Ninth Edition. *J Prosthet Dent.* 2017 May;117(5S):e1-e105. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.12.001. PubMed PMID: 28418832.

Tian M, Gao Y, Liu Y, Xu R, Hedin NE, Fong H. Bis-GMA/TEGDMA dental composites reinforced with electrospun nylon 6 nanocomposite nanofibers containing highly aligned fibrillar silicate single crystals. *Polymer (Guildf).* 2007 Apr 24;48(9):2720-8. doi: 10.1016/j.polymer.2007.03.032. PMID: 17940586.

Tirapelli C. Avaliação da resistência ao impacto e à flexão de resinas acrílicas reforçadas com fibra de vidro [dissertação]. Ribeirão Preto (SP): Universidade de São Paulo (SP), Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto; 2004.

Totu EE, Nechifor AC, Nechifor G, Aboul-Enein HY, Cristache CM. Poly(methyl methacrylate) with TiO₂ nanoparticles inclusion for stereolithographic complete denture manufacturing - the future in dental care for elderly edentulous patients? *J Dent*. 2017 Apr;59:68-77. doi: 10.1016/j.jdent.2017.02.012. Epub 2017 Feb 20. doi: 10.1016/j.jdent.2017.02.012. PubMed PMID: 28223199.

Uzun G, Hersek N, Tinçer T. Effect of Five Woven Fiber Reinforcements on the Impact and Transverse Strength of a Denture Base Resin, *J Prosthet Dent*. 1999; 81(5):616620. doi: 10.1016/s0022-3913(99)70218-0. PubMed PMID: 10220668.

Uzun G, Hersek N. Comparison of the fracture resistance of six denture base acrylic resins. *J Biomater Appl*. 2002 Jul;17(1):19-29. doi: 10.1177/0885328202017001597. PubMed PMID: 12222755.

Vallittu PK, Lassila VP, Lappalainen R. Evaluation of damage to removable dentures in two cities in Finland. *Acta Odontol Scand*. 1993 Dec;51(6):363-9. doi: 10.3109/00016359309040587. PubMed PMID: 8304013.

Vallittu PK, Vojtkova H, Lassila VP. Impact strength of denture polymethylmethacrylate reinforced with continuous glass fibers or metal wire. *Acta Odontol Scand*. 1995 Dec;53(6):392-6. doi: 10.3109/00016359509006007. PubMed PMID: 8849874.

Vallittu PK, Lassila VP, Lappalainen Niom R. The effect of notch shape and self-cured acrylic resin repair on the fatigue resistance of an acrylic resin denture base. *J Oral Rehabil*. 1996 Feb;23(2):108-13. doi: 10.1111/j.1365-2842.1996.tb01218.x. PubMed PMID: 8850061.

Wiskott HW, Nicholls JI, Belser UC. Stress fatigue: basic principles and prosthodontic implications. *Int J Prosthodont*. 1995 Mar-Apr;8(2):105-16. PubMed PMID: 7575960.

Wulf M, Michel S, Grundke K, del Rio OI, Kwok DY, Neumann AW. Simultaneous Determination of Surface Tension and Density of Polymer Melts Using Axisymmetric Drop Shape Analysis. *Colloid Interface Sci*. 1999;210(1):172-81.

Yunus N, Harrison A, Huggett R. Effect of microwave irradiation on the flexural strength and residual monomer levels of an acrylic resin repair material. *J Oral Rehabil*. 1994 Nov;21(6):641-8. doi: 10.1111/j.1365-2842.1994.tb01179.x. PubMed PMID: 7830199.

Zappini G, Kammann A, Wachtera W. Comparison of fracture tests of denture base materials. *J Prosthet Dent*. 2003 Dec;90(6):578-85. doi: 10.1016/j.prosdent.2003.09.008. PubMed PMID: 14668759.

Zhang X, Chase GG. Electrospun elastic acrylonitrile butadiene copolymer fibers. *Polymer*. 2016;97:440-8. doi: 10.1016/j.polymer.2016.05.063.

Zhang Y, Chan HF, Leong KW. Advanced materials and processing for drug delivery: The past and the future. *Adv Drug Deliv Rev.* 2013;65(1):104-12. doi: 10.1016/j.addr.2012.10.003. PubMed PMID: 23088863.