



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

**BRUNA COSTA GIROTTO**  
**CAROLINE MESQUITA LEMES**

**INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE  
NANOFIBRAS DE POLIAMIDA 6 COM E SEM  
NANOTUBOS DE CARBONO COMO REFORÇO DE  
PRÓTESE PARCIAL FIXA ADESIVA**

2015

**BRUNA COSTA GIROTTO**  
**CAROLINE MESQUITA LEMES**

**INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE  
NANOFIBRAS DE POLIAMIDA 6 COM E SEM  
NANOTUBOS DE CARBONO COMO REFORÇO DE  
PRÓTESE PARCIAL FIXA ADESIVA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP- Universidade Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte das exigências para a obtenção do grau de CIRURGIÃO-DENTISTA.

Orientador: Prof.Dr. Alexandre Luiz Souto Borges

Coorientadoras: Ana Carolina de Oliveira Souza

Anna Karina Figueiredo Costa

São José dos Campos  
2015

## **AUTORIZAÇÃO**

Autorizamos a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 9 de Outubro de 2015.

**Bruna Costa Giroto**

**Caroline Mesquita Lemes**

E-mails: [bruna.giroto@ict.unesp.br](mailto:bruna.giroto@ict.unesp.br) / [caroline.lemes@ict.unesp.br](mailto:caroline.lemes@ict.unesp.br)

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Dr. Alexandre Luiz Souto Borges** (Orientador)  
Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese

**Eduardo Shigueyuki Uemura**  
Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese

**Rubens Nisie Tango**  
Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese

São José dos Campos, 9 de outubro de 2015.

## **DEDICATÓRIA**

Dedicamos este trabalho primeiramente a Deus, aos nossos queridos pais, amigos e familiares.

Cada professor (a) que nos ajudou na formação desta graduação, também aos funcionários que de forma direta ou indireta proporcionaram melhores condições de estudo.

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente a Deus, pois sempre foi minha fonte de fé para superar dificuldades, não somente nestes anos como universitária, mas ao longo de minha vida. A Ele devo minha integral gratidão, pois é o meu maior mestre.

Aos meus pais, Sérgio e Cibele, que investiram grandemente em mim e me deram a chance de tornar possível este sonho. Devo por toda a minha vida meus sinceros agradecimentos por todo apoio, investimentos e por fazerem de mim quem eu sou hoje;

Aos meus avós, por tanto me amar e cuidar bem de mim e por todas as orações feitas a Deus para que eu fosse abençoada nesta fase da minha vida, pois realmente fui! Vocês são meus exemplos de caráter, honestidade, humildade e fé.

Ao Instituto de Ciência e Tecnologia- SJC pelo desenvolvimento acadêmico e condições técnicas para este trabalho.

Ao professor orientador Dr. Alexandre Luiz Souto Borges, pela oportunidade, apoio, confiança e também pelo bom humor que sempre teve conosco.

Às coorientadoras Ana Carolina de Oliveira Souza e Anna Karina Figueiredo Costa por toda a disposição em nos auxiliar desde o início deste trabalho. Vocês foram essenciais!

Aos professores Dr. Ivan Balducci e Dr. Rubens Tango pela prontidão em nos auxiliar com as análises estatísticas e fotografias para o trabalho.

Ao técnico de prótese, Fernando, por ter aberto às portas do laboratório e por sempre prontificar-se a nos ajudar sem nunca hesitar.

E, por fim, não menos importante, às minhas queridas amigas (Bruna G., Lu, Isa e Bruna F.) que sempre foram minhas companheiras e me trouxeram muita alegria, em especial a você, Bruna Giroto, muitíssimo obrigada pelo companheirismo e amizade sincera por todo esse tempo, todas as risadas, as conversas, as caronas, os passeios e ensinamentos. Você é muito importante!

A todos que acreditaram em mim, muito obrigada!

**Caroline Mesquita Lemes**

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a Deus que sem ele eu não seria nada! Sou extremamente grata por todas as bênçãos que Ele concedeu em toda minha jornada! Mesmo algumas situações difíceis, sem dúvidas foram válidas!

Tão importante quanto, sou eternamente grata aos meus queridos pais, Evenildo e Joelma. A princípio pela minha mãe que influenciou na escolha deste curso, simplesmente por me ensinar que o "Sorriso é a parte mais bonita de qualquer corpo". Obrigada mãe e obrigada pai, por serem exatamente do jeito que são. Por depositarem em mim todo amor e dedicação. Obrigada por me apoiar e sempre lutar para que eu realize meus sonhos! Obrigada por vocês sempre darem o melhor de vocês para me ver feliz! Eu amo vocês!

Agradeço aos meus irmãos por estarem sempre comigo. Agradeço ao Nando por ter confiado em mim e ter sido meu primeiro paciente. E a minha irmã de ter entendido a minha grade horária e por várias vezes ter tido a bondade de me esperar.

Agradeço ao meu orientador Alexandre Souto Luiz Borges, por ter nos aceitado como orientadas e ter confiado na nossa capacidade de conhecimento. Obrigada por tudo que nos ensinou referente ao meio acadêmico e a vida, tornando – se também um grande amigo!



Obrigada às nossas coorientadoras Ana Carolina de O. Souza e Anna Karina F. Costa por sempre estarem disponíveis para nos ajudar e sempre sanar nossas dúvidas.

Aos professores Dr. Rubens Tango e Dr. Ivan Balducci pela presteza em nos auxiliar sempre que necessitávamos. Ao técnico de prótese, Fernando (Fernandinho) por ter aberto às portas do laboratório e por sempre prontificar-se a nos ajudar.

Ao Instituto de Ciência e Tecnologia- SJC pelo desenvolvimento acadêmico e condições técnicas para este trabalho.

Não poderia esquecer-me de agradecer às minhas amigas (Bru, Carol, Isa e Lu) que foram essenciais no decorrer deste curso, tornando-o muito mais leve e gostoso de ser realizado. Vou levar vocês para o resto da minha vida! Apesar de um pouco mais distante, por não fazerem parte do meu cotidiano, agradeço as minhas amigas do Juarez que sempre me apoiaram e acreditaram em mim. E Caroline Lemes, obrigada por ter me agüentado, pela convivência diária de mais de 10h e por vezes 24 horas, me cedendo casa, comida e até roupa lavada rsrs. Companheira de box, de sala, trabalhos, IC, TCC E DE VIDA!!! AMO VOCÊ! E como você disse estes dias: Agora eu sou mais um pouco de você e você um pouco mais de mim.

**Bruna Costa Giroto**

**Tudo é possível ao que crê (Marcos 9:23)**

**Influência da incorporação de nanofibras de poliamida 6 com e sem nanotubos de carbono como reforço de prótese parcial fixa adesiva\***

*Influence of the incorporation of polyamide 6 with and without nanofiber carbon nanotubes as reinforcing fixed partial denture adhesive*

**RESUMO**

Este trabalho se propõe avaliar o comportamento de resinas compostas reforçadas com nanofibras de poliamida 6 (nylon/N6) alinhadas (6000 rpm) e desalinhadas (120 rpm), com e sem nanotubos de carbono (CNT), através do teste de resistência à flexão. As nanofibras foram obtidas pela técnica de eletrofiação. Nela foram produzidas nanofibras de nylon 6 alinhadas (6000 rpm) e desalinhadas (120 rpm) com e sem incorporação de nanotubos de carbono (CNT) para serem utilizadas no trabalho. A metodologia utilizada é constituída de 5 grupos experimentais: Grupo 1: controle sem fibras (n=10), Grupo 2: Resina Charisma + N6 alinhado (6000 rpm) + CNT; Grupo 3: Resina Charisma + N6 desalinhado (120 rpm) + CNT; Grupo 4: Resina Charisma + N6 alinhado (6000 rpm); Grupo 5: Resina Charisma + N6 desalinhado (120 rpm). Foi acrescentada resina na caixa proximal da matriz (Charisma A2, Heraeus Kulzer) e polimerizado por 40 seg. (potência 1100 mW/cm<sup>2</sup>). A fibra foi embebida em adesivo (Adper Single Bond 2 - 3M ESPE) por 5 min. e fotopolimerizada. Em seguida foi colocado um primeiro incremento de resina e sobre ela depositada

---

\*Artigo elaborado de acordo com as normas do Periódico Brazilian Dental Science (ISSN 2178-6011).

a fibra já polimerizada, em seguida o conjunto foi fotoativado em três pontos (extremidades e meio) por 40 s. cada. Em seguida a caixa com resina foi completada. Foi colocada uma tira de poliéster para diminuir a rugosidade superficial. A fotoativação foi realizada igualmente ao passo anterior. Para obtenção dos resultados foi realizado o teste de resistência à fratura com velocidade de 1 mm/min, e célula de carga de 50 Kgf. em máquina de ensaio universal (EMIC mod.DL2000). O teste de Dunnet mostrou que somente os grupos com nanotubo diferiram estatisticamente do grupo controle. O teste ANOVA 2-fatores indica que o fator nanotubo foi significativo ( $p < 0,05$ ) e não existe interação entre os fatores orientação e nanotubo. A presença de nanotubo levou a menores valores de resistência à fratura para ambas as condições (alinhado e desalinhado).

Os resultados do nosso trabalho mostram que a orientação das fibras parece não influenciar na resistência mecânica das resinas compostas e que a incorporação das nanofibras de nylon com nanotubos de carbono diminuiu os valores de resistência à flexão. A presença das fibras não foi capaz de melhorar a resistência do material, em nenhuma das situações estudadas.

#### **PALAVRAS-CHAVE**

Resistência à flexão; Resinas Compostas; Nanofibras; Nanotubos de carbono.

#### ***ABSTRACT***

*The aim of this study was to evaluate the behavior of reinforced*

composites with polyamide 6 fibers aligned (6000 rpm) and alignment (120 rpm) with or without CNT using the flexural strength test. After preparation of nanofibers aligned nylon 6 (6000 rpm) and alignment (120 rpm) with and without incorporation of nanotube carbon by the method of electrospinning, were performed one control group ( $n = 10$ ) and 4 experimental groups ( $n = 40$ ) G1: Control (just resin Charisma – Heraeus Kulzer) ;G2 Resin + N6 aligned (6000 rpm) + CNT; G3:Resin + N6 alignment (120 rpm) + CNT; G4: Resin + aligned ( 6000 rpm) N6. G5: Resin + N6 alignment (120 rpm). The fibers were cut to the dimensions of 0,3 x 15 mm and were applied an adhesive at the surface (Single Bond 2) for 5 min and cured. In the matrix, was added resin in the proximal box (Charisma A2, Heraeus Kulzer) and cured for 40 s. (power 1100 mW / cm<sup>2</sup>). A first layer of resin and on the resin was deposited. The resin layers specimens were light irradiated with three overlapping exposures delivered. For each resin layer were light irradiated for 40 sec. The samples were tested with a cross-speed of 1 mm / min, and a 50 Kgf at Universal testing machine (EMIC mod.DL2000). The Dunnet test showed that only the nanotube group was significantly different from the control group. The ANOVA two-way indicates that the nanotube factor was statistically significant ( $p < 0.05$ ) and there is no interaction between factors and orientation nanotube. The presence of nanotube showed lower fracture resistance values for aligned and unaligned groups. The results of this study showed that the orientation of the fibers does not influence the strength of composite resins and the incorporation of nylon nanofibers with

*carbon nanotubes decreased the fracture resistance values. The presence of the fibers has not been able to improve the strength of the material in any of the cases studied.*

### **KEYWORDS**

*Flexural strength; Composite resins; Nanofibers; Nanotubes carbon.*

## **INTRODUÇÃO**

Atualmente, a exigência estética, em todos os âmbitos, tem aumentado e a estética dental é uma das mais requisitadas. Em virtude disso, a Odontologia restauradora tem apresentado, nos últimos anos, evoluções de técnicas e materiais que objetivam a estética e a reconstrução funcional do elemento dentário [1].

A resina composta vem sendo bastante empregada e é considerada como o material restaurador da atualidade. Isso se deve às grandes vantagens que possui: menor grau de contração de polimerização, maior dureza, maior estabilidade de cor, maior resistência ao desgaste, resistência à compressão elevada, maior facilidade de manipulação, entre outras, as quais influenciam fortemente para que, atualmente, um dos mais tradicionais e utilizado material restaurador, o amálgama, esteja entrando em desuso. Dentre diversas características causais desse desuso a principal é a estética favorável promovida pela resina composta [1].

Para melhorar as propriedades mecânicas das resinas, o uso de materiais compostos reforçados com fibras (RCF) vem aumentando muito na Odontologia nos últimos anos [2]. Os materiais

compostos reforçados com fibras são constituídos por dois componentes: a matriz de resina que serve como portador e protetor, e as fibras especificamente orientadas, as quais são utilizadas em prol de melhores propriedades mecânicas do conjunto. Os materiais que mais se destacam para RCFs são Polietileno, fibras de vidro e carbono [3].

Além destes materiais alguns poucos estudos recentes têm investigado os efeitos de reforço das nanofibras de *nylon* pela técnica da eletrofiação [4]. Assunto este pouco encontrado na literatura, sendo a pesquisa, até mesmo, dificultada devido à inovação do tema.

As técnicas comumente utilizadas para a produção de nanofibras são automontagem (*self-assembly*), molde estrutural (*template synthesis*), separação de fase (*phases eparation*) e deposição eletrostática (*eletrofiação*) [5]. Dentre estas técnicas, a eletrofiação mostra-se a escolha mais adequada para a produção de nanofibras, com interiores sólidos ou ocos, excepcionalmente longas em comprimento, uniformes no diâmetro, variando no intervalo de dezenas de nanômetros a vários micrômetros [6].

Com isso a eletrofiação é uma técnica simples e versátil para gerar fibras ultrafinas, com diâmetros cem vezes menores do que os métodos convencionais [7], a partir de uma grande variedade de materiais que inclui polímeros, compostos e cerâmicas. A elevada relação de área por volume, a flexibilidade das estruturas e o bom desempenho mecânico, fazem desta técnica e das estruturas resultantes, atrativas para um amplo número de aplicações[8].

O trabalho de Fong [9], revelou que a impregnação de 5% (fração de massa) de nanofibras de *nylon* em matriz resinosa de Bis-GMA/TEGDMA (50/50 peso) melhorou a resistência à flexão em 36%, o módulo de elasticidade em 26%, e a resistência à fratura em 42%.

As fibras de reforço possuem algumas características desejáveis como: facilidade de manipulação, biocompatibilidade, dureza, adesão química à resina e pode ainda funcionar como compensador substancial dos esforços mastigatórios nos compósitos [10]. Entretanto, independente do tipo de tratamento reabilitador, é essencial respeitar os princípios biomecânicos dos preparos dentais para que seja obtido o sucesso da prótese [1].

Além disto, a eficácia desse reforço de fibra é dependente de muitas outras variáveis, incluindo as resinas utilizadas, a quantidade, o tipo, o comprimento, o formato e a orientação das fibras utilizadas na resina [11, 12], aderência das fibras ao polímero da matriz, e a impregnação de fibras com a resina [13]. A maneira como a fibra de reforço é organizada, sua secção transversal, em uma prótese reforçada com fibra, determinará o módulo de elasticidade e de dureza, variando de nenhum aumento nas propriedades mecânicas a 200% a 300% de aumento para o módulo elástico ou 70 vezes no aumento de dureza [15].

Pensando em melhorar as propriedades das fibras, os nanotubos de carbonos estão sendo estudados como agentes de preenchimento, a fim de minimizar as alterações dimensionais, devido à boa adesão, resultando na transferência da tensão do polímero para o



nanotubo. Estruturalmente esses nanotubos são cilindros longos e finos de grafite feitos de camadas de átomos de carbono, arranjados em uma estrutura hexagonal, realizada em conjunto por forças fracas chamadas forças de van der Waals. Os nanotubos de carbono podem se apresentar em uma parede única cilíndrica (SWNTs) ou multi-paredes (MWCNTs) com cilindros dentro de cilindros [15-7].

A adição de nanotubos de carbono tem a capacidade de melhorar propriedades tais como: resistência à tração, resistência ao impacto e rigidez, além de diminuir a contração de polimerização em resinas compostas [15-7].

## **REVISÃO DE LITERATURA**

### **Resina Composta**

Os insucessos das antigas resinas epóxicas e da resina acrílica quimicamente ativada para uso de restaurações dentárias culminaram no desenvolvimento do monômero, Bis – GMA, que mais tarde, aperfeiçoado com a adição de cargas inorgânicas, permitiu o surgimento das atuais resinas compostas [18].

A escolha de uma resina composta é dependente da situação clínica combinada com as propriedades físicas, biológicas e de manipulação [19]. Esse material deve promover adesão durável ao dente e também deve alcançar valores adequados de dureza, resistência à flexão e compressão, módulo de elasticidade e resistência à fratura [20].

A resina composta é constituída por matriz orgânica, inorgânica e agente de união. A matriz inorgânica contém cargas (sílica coloidal, partículas de vidro ou quartzo), que servem para diminuir a quantidade de matriz orgânica e aumentar as propriedades mecânicas da resina. Além de cargas, a resina composta possui uma matriz orgânica, que é constituída pelo BIS-GMA (bisfenol glicidil metacrilato) sendo considerado o corpo da resina; além inibidores; modificadores de cor e sistema ativador/iniciador [21].

A matriz orgânica deve ser fotoativada para obter uma união eficiente com a carga inorgânica. A fotoativação por si só provavelmente não resulta em uma total conversão do material, entretanto, com o aumento da fotoativação, as características físicas melhoram. A união da parte orgânica à inorgânica se dá pela presença de um agente de união – silano [22].

O conteúdo de carga tem sido correlacionado com a profundidade de polimerização, estabilidade de cor, dureza, compressão, resistência e rigidez. Uma maior quantidade de carga irá resultar em menor absorção de água e maior resistência à abrasão [23]. Assim, a porcentagem de carga tem sido considerada um fator importante para determinar as propriedades mecânicas dos compósitos [223-4].

Resumidamente, as propriedades físicas e químicas das resinas compostas são influenciadas pelo tipo, conteúdo e distribuição das partículas de carga [245], pela sua composição monomérica e da união monômero/carga [26]. Atualmente existe a preocupação em se adicionar o máximo possível de partículas inorgânicas à resina

composta na tentativa de melhorar suas propriedades sem, entretanto, aumentar demais a sua viscosidade [267].

### **Eletrofição**

A técnica de eletrofição é simples e versátil na obtenção de fibras de pequenos diâmetros e é capaz de utilizar grande quantidade de materiais, dentre eles: polímeros, cerâmicas e metais. As nanofibras produzidas são uniformes e contínuas, com excelentes propriedades mecânicas e flexibilidade [278]. Basicamente é uma técnica que consiste numa fonte de alta tensão, num sistema de aterramento e solução polimérica [29].

O método da eletrofição em solução vem sendo amplamente estudado pela possibilidade de geração de fibras ultrafinas com diâmetros entre 5- 500 nm. Entretanto, ainda é pouco documentada e estudada a técnica de eletrofição de nanocompósitos poliméricos, a qual para a obtenção das nanofibras utiliza forças eletrostáticas numa solução polimérica [28].

Na idéia original de Formhals, um cilindro metálico submetido à alta tensão e imerso parcialmente na solução polimérica gira em velocidade constante. Um coletor metálico é posicionado numa distância definida e produz numerosos jatos a partir do cilindro onde nanofibras eletrofiadas são coletadas [29]. Durante a trajetória o solvente evapora e as fibras solidificadas são depositadas no coletor [30]. Estudos recentes mostram que a velocidade de rotação, no caso de coletores cilíndricos, afeta a morfologia das nanofibras tornando-as alinhadas a altas rotações [278].

À medida que aumenta a tensão elétrica, a superfície da gota vai se alongando semelhante a um cone (cone de Taylor). Um jato da solução é lançado da extremidade do cone em um coletor metálico aterrado quando as forças eletrostáticas superam a tensão superficial. O campo elétrico criado entre o coletor e o eletrodo é a força motora para a geração de fibras [278].

O método de eletrofiação possibilita encapsular em sua matriz polimérica nanopartículas e nanocargas, como nanotubos de carbono, os quais são previamente dispersos na solução polimérica e em seguida eletrofiados na forma de nanocompósitos de nanofibras contínuas. Tal método também pode proporcionar a obtenção de nanofibras alinhadas que tem seu módulo mecânico aumentado na direção do seu alinhamento [29].

Algumas são as variáveis que influenciam no processo de eletrofiação como: campo elétrico aplicado, distância de trabalho (distância do bico injetor e o coletor), velocidade de injeção da solução e velocidade de rotação do coletor [289]; concentração polimérica na solução; em relação ao polímero, a arquitetura (ramificada ou linear), peso molecular; quanto aos fatores ambientais, a umidade do ar e temperatura, entre outros fatores [30].

Estudos relatam que a diminuição do diâmetro das fibras da escala micrométrica para a nanométrica dá - se através da instabilidade do jato na forma de chicotadas, a qual é causada principalmente pelas forças de flexão. A instabilidade em chicotada é classificada como um tipo de instabilidade não assimétrica do jato de eletrofiação formado por uma solução de poli (óxido de etileno),

estudada por Shin et al. [32]. Outro estudo também afirma que a eletrofiação utiliza esta instabilidade para produzir estruturas poliméricas na escala nanométrica [289].

A respeito da concentração da solução polimérica, esta não pode ser tão alta a ponto de sua viscosidade impedir o movimento do polímero, mas deve ser alta o suficiente para que haja o emaranhado das cadeias poliméricas [32-3].

No que se refere à variação do campo elétrico aplicado, dados da literatura descrevem que à medida que se diminui o campo elétrico aplicado há tendência de diminuição do diâmetro médio das fibras, pois menor é a vazão da solução polimérica como resposta à diminuição da força eletrostática e, conseqüentemente, menor o diâmetro das fibras. Esta é uma tendência geral, não uma regra. Pesquisadores concluíram que a diminuição do diâmetro das fibras com o aumento da distância de trabalho ocorre, pois há maior tempo para o solvente evaporar e, assim, torna-se mais fácil o espalhamento dos fluidos [28].

Existe um valor crítico de concentração da solução polimérica associada à distância de trabalho que influencia na diminuição do diâmetro da fibra, porém acima deste valor crítico ocorre o inverso, ou seja, o aumento do diâmetro [34].

Dentre as vantagens das fibras ultrafinas esta, principalmente, seu baixo custo, pois em relação à maioria dos outros métodos, apresenta-se relativamente mais em conta; ótimas propriedades mecânicas; alta força axial; flexibilidade (fibras interligadas); diâmetros na ordem de nanômetros das fibras [28].

O avanço das teorias e modelos utilizados ainda não permite uma boa compreensão da formação das fibras, devido à complexidade do processo, entretanto, estes modelos auxiliam no controle das variáveis envolvidas na produção de fibras [289].

### **Orientações das fibras**

A maioria dos estudos voltados para eletrofiação ainda são com fibras não alinhadas. Sendo úteis para relativamente poucas aplicações, como para filtragem e encobrimento de feridas. Contudo, pelo que se conhece das indústrias têxteis, somente quando for possível alcançar nanofibras orientadas unidirecionalmente é que as suas aplicações ficarão infinitas [5]. Todavia, esta é uma tarefa muito complicada de ser alcançada pela eletrofiação, devido à difícil trajetória tridimensional na forma de chicote que o jato adota, determinada pela instabilidade do próprio jato [278].

Existem diversos aparelhos que são utilizados para alinhar as fibras; os principais são: coletor cilíndrico girando a altas velocidades, um eletrodo/campo elétrico auxiliar, coletor roda com extremidade fina, e coletor moldura retangular [5].

Estudos atuais apontam que a velocidade de rotação, no caso de coletores cilíndricos, afeta a morfologia das nanofibras deixando-as alinhadas a altas rotações. Existem três principais meios que podem ser empregados na alteração do campo eletrostático; um deles é alterando o campo logo na origem do capilar; outro é fundamentado na alteração do campo próximo ao coletor, e um terceiro meio, sugere a introdução de outros campos elétricos. Estas

alterações podem ajudar na coleta e orientação das fibras [29,345] Li et al. [356] utilizaram, por exemplo, duas placas de ouro separadas por um espaço isolante de distância mutável como coletor. Estes estudos permitiram a produção de diferentes sentidos de orientação numa mesma manta.

A ampliação da velocidade de rotação do coletor possibilita que as nanofibras fiquem mais orientadas [367]. Medeiros et al. [38] evidenciaram que para as nanofibras de PVA reforçadas com nanofibrilas de celulose a ampliação da velocidade de rotação do coletor de 200 para 1000 rpm fez com que as nanofibras fiquem mais orientadas e desloca a distribuição de diâmetros para menores valores devido ao alto estiramento imposto às nanofibras.

A dificuldade de se conseguir a orientação espacial das nanofibras poliméricas é observada por vários autores [29,378] empregando - se basicamente métodos mecânicos e eletroestáticos. Tratando- se de meios mecânicos, Fong et al. [289, 389] evidenciaram ser possível obter orientação das fibras através do emprego de coletores a altas velocidades.

O efeito da permissividade elétrica relativa de vários coletores paralelos no alinhamento das nanofibras foi estudado por Yan et al. [378]. Ao trocarem os coletores por diferentes materiais dielétricos os autores puderam acertar o perfil do campo eletromagnético. Eles diagnosticaram, através de simulações e resultados experimentais, que menores valores de potencial elétrico são requeridos para se formar nanofibras alinhadas quando coletores de maior permissividade elétrica foram empregados.

## **Nanofibras de poliamida 6**

Na história das fibras sintéticas, a poliamida teve seu surgimento de um modo bastante interessante [4039]. O *nylon*, nome mais conhecido comercialmente para as fibras de poliamida, foi comercializado inicialmente para produção de meias femininas por E. I. Du Pont de Nemours & Company, em 1938. O grandioso sucesso do nylon ficou conhecido mundialmente e gerou grandes lucros por um período de 50 anos [40].

Devido ao sucesso dessa fibra sintética, abriu-se as portas para o surgimento de outras fibras como: poliésteres, poliacrilonitrilas, fibras inorgânicas de carbono e boro e poliolefinas. Todas essas inovações foram possíveis devido ao desenvolvimento da química dos polímeros e das fibras e o avanço na ciência de materiais [401].

Segundo a Comissão Federal do Comércio dos Estados Unidos, as fibras de nylon são fibras manufaturadas em que uma longa cadeia sintética de poliamida, na qual menos de 85% das ligações amina estão interligadas a dois grupos alifáticos, é a base formadora da estrutura fibrosa [40]. As poliamidas alifáticas são macromoléculas de uma classe de polímeros em que suas cadeias possuem ligações amidas – COHN- em repetição. São homopolímeros formados por segmentos lineares unidos. Dois processos são utilizados comercialmente para a produção das fibras de poliamida, o primeiro dá-se pela **a)** policondensação de monômeros bifuncionais, que pode utilizar aminoácidos ou pares e ácidos carboxílicos estequiométricos e



diaminas; e o segundo pela **b**) polimerização por abertura de anéis de lactama [401-2].

A identificação da poliamida é realizada através de um sistema numérico, no qual um dígito quer dizer que o polímero foi preparado com o uso de um monômero apenas, que representa o número de átomos de carbono da unidade de repetição da cadeia principal, sendo assim, a nomenclatura apresenta-se da seguinte forma: poliamida 6. Quando na fabricação do polímero são utilizados dois monômeros, a representação numérica é feita com dois dígitos separados por vírgula (poliamida 6,6), na qual o primeiro dígito faz menção ao número de carbonos presentes na diamina e o segundo ao número de carbonos no ácido dicarboxílico [423]. Ambas, poliamida 6 e 6,6, são as poliamidas mais comercializadas atualmente [28].

O uso de fibras de reforço busca melhorar a resistência à fratura de uma resina composta, o que pode gerar um resultado clínico mais satisfatório do que quando utilizada sem nenhum reforço estrutural [10].

### **Nanotubos de carbono**

A nanotecnologia, segundo definição da ISO/TC 229, caracteriza - se pela aplicação do conhecimento científico para manipular e controlar a matéria na nanoescala, a fim de explorar as propriedades e fenômenos dependentes do seu tamanho e estrutura [434]. Indiscutivelmente, essa é uma das áreas da ciência que mais evolui [445], favorecendo distintos campos, tais como eletrônico, biotecnológico, cosmético, farmacêutico, médico-hospitalar,

alimentício e agrícola [456]. Suas aplicações possíveis já descritas são extensas e variadas, e dentre elas se destacam como mais promissoras e de maior impacto a nanobiotecnologia, os nanofármacos e a nanoeletrônica [47-8].

A grande diferença dos materiais nanoestruturados é a potencialização de suas propriedades magnéticas, ópticas, mecânicas, e químicas [4948]. Isso advém porque na escala nanométrica, as estruturas possuem características que permitem produtos finais mais competentes, leves, resistentes e, sobretudo, de baixo custo [50]. Dentre os vários nanomateriais, os nanotubos de carbono (NTCs) são os mais representativos, proporcionando altíssimo potencial de desenvolvimento científico e tecnológico [51].

Os materiais grafiticos têm sido largamente estudados desde o século passado, devido suas características e aplicabilidade industrial. Os NTCs foram sintetizados pela primeira vez em 1991, por Sumio Iijima, e sua descoberta representou grande evolução científica, indicando aplicações tecnológicas e especulações teóricas extraordinárias devidas, especialmente, ao seu comportamento eletrônico singular [52]. Os NTCs são uma forma alotrópica do carbono caracterizada pelo enrolamento de uma ou várias folhas de grafeno de forma concêntrica e cilíndrica e com cavidade interna oca [53]. Do ponto de vista estrutural, há dois tipos de NC que podem apresentar alta perfeição: NTCs de camada única (SWCNTs – “*single-walled carbon nanotubes*”) ou de camadas múltiplas (MWCNTs – “*multi-walled carbon nanotubes*”) [53-4]. O tamanho, geralmente, varia de 0,4-2 nm de diâmetro para os SWCNTs e de 2-

100 nm para MWCNTs, enquanto seu comprimento pode ser de 1-100 mm [533]. Na distinção dos NC a técnica de escolha é a microscopia eletrônica de transmissão (TEM). Esta técnica mostra - se insubstituível no estudo da morfologia dos NC, bem como na detecção de partículas metálicas incorporadas aos nanotubos [55].

As propriedades extraordinárias dos nanotubos têm gerado muitas investigações acerca das propriedades mecânicas de compósitos à base de nanotubos. Nesse contexto, a disseminação uniforme ao longo da matriz polimérica e a otimização tanto da solubilidade nanotubo/ matriz como da adesão são parâmetros críticos. Em específico, a disseminação é um ponto crítico para o reforço de materiais poliméricos, uma vez que os NC encontram-se comumente agrupados em feixes. Contudo, existem relatos de que a adição de pequenas porcentagens de NC a matrizes poliméricas como PVA ou PS levam a uma ampliação de cerca de 40% na tensão elástica e a um aumento de aproximadamente 25% na resistência à tração [56]. Resumindo, o desempenho dos materiais compósitos de nanotubos de carbono é cerca de 10 vezes melhor que o observado para compósitos das fibras de carbono convencionais, para uma mesma carga [545].

Diretamente na odontologia, a adição de grandes quantidades de nanotubos de carbono tem a capacidade de melhorar propriedades tais como: resistência à tração, resistência ao impacto e rigidez, além de diminuir a contração de polimerização em resinas compostas [15].

## **Prótese fixa adesiva**

O começo das próteses parciais fixas adesivas iniciou na década de 70 na França, com Rochette [567], que expôs a utilização de uma estrutura metálica perfurada cimentada a dentes atingidos periodontalmente com o objetivo de estabilizá-los. Com o tempo também começou a ser usada para reposição de dentes perdidos, surgindo, assim, as primeiras próteses parciais fundamentadas no princípio de adesão da estrutura metálica ao pilar. Essas próteses foram vastamente utilizadas, em pequenos espaços edêntulos, e tinham baixo custo, mesmo com uma linha metálica ofereciam estética aceitável e eram de fácil execução [57-8].

Contudo, em razão da desvantagem da menor biocompatibilidade, própria das ligas metálicas utilizadas na confecção das próteses adesivas convencionais e em razão da grande cobrança estética por parte da sociedade moderna [59-60], os pesquisadores preocuparam-se em empregar materiais que eliminassem a necessidade de estrutura metálica [61-2].

Para isso, deram início ao uso de materiais como cerâmicas de alta resistência e resinas compostas reforçadas por fibras, que, devido à evolução de suas propriedades físicas e mecânicas, tiveram o seu uso estendido à confecção das próteses fixas adesivas na atualidade [63-5]. A associação compósito/fibras de reforço proporciona um material com superior resistência à tração e à compressão quando comparada à resina composta [578]. Os reforços são utilizados para várias finalidades, e uma de suas indicações é para confecção de próteses adesivas diretas e indiretas [66].

Felippe et al. [67] destacaram a importância do uso das fibras de reforço em várias especialidades da odontologia por causa da sua competência de aumentar a resistência à tração dos materiais, a qual, por sua vez, aumenta a resistência à compressão das fibras. Os autores afirmaram que a composição, a arquitetura, a impregnação ou o molhamento e a quantidade de fibras podem influenciar no mecanismo de reforço por elas promovido.

Devido à evolução dos materiais e técnicas utilizadas, as próteses fixas adesivas, atualmente, constituem uma alternativa restauradora minimamente invasiva, pois promovem menor desgaste de estrutura dental nos preparos dos dentes pilares, proporcionam ao paciente um tratamento de reabilitação funcional e com alta qualidade estética. Constituem-se, portanto, uma boa alternativa clínica para a reabilitação funcional, estética e economia, o que favorece o paciente [1,68].

## **PROPOSIÇÃO**

Este trabalho se propõe avaliar o comportamento de resinas compostas reforçadas com nanofibras de poliamida 6 (nylon/N6) alinhadas e desalinhadas, com e sem nanotubos de carbono (CNT), através do teste de resistência à flexão.

## **MATERIAL E MÉTODOS**

### **Confecção das fibras**

Foi preparada uma solução contendo 200 mg de poliamida 6 (N6) dissolvidos em 20 mL de 1,1,1,3,3,3 hexa fluoro - 2 propanol (HFP) perfazendo uma concentração de polímero de 10% de N6 que foi misturada em agitador elétrico por 24 horas (Figura 1). Nanotubos de carbono (CNT) foram funcionalizados com a aplicação de HCl por 5 minutos, lavados em água deionizada, filtrados em filtro de papel absorvente, estocados em estufa a 37 °C por 24 horas e misturados em uma concentração de 0,5% de nanotubos de carbono.

Em seguida, foi colocada 10 mL da solução em uma seringa plástica com agulha de ponta reta e diâmetro do orifício de 0,2 mm<sup>2</sup> e eletrofiado em aparato próprio, com uma razão de fluxo de 1 ml/h. Este fluxo foi submetido a um campo elétrico contínuo produzido por um gerador de tensão contínua de 10 KV. O coletor foi revestido com uma folha de papel-alumínio e localizado a uma distância de 18 cm da ponta da seringa. Foram realizadas duas velocidades de rotação, 120 e 6000 rpm, com o objetivo de conseguir dois tipos de fibras, uma desalinhada e outra alinhada, respectivamente (Figura 2a e 2b). Estas fibras foram armazenadas por 24 horas em dissecador a 37 °C.



Figura 1 – Aparato para eletrofiação.

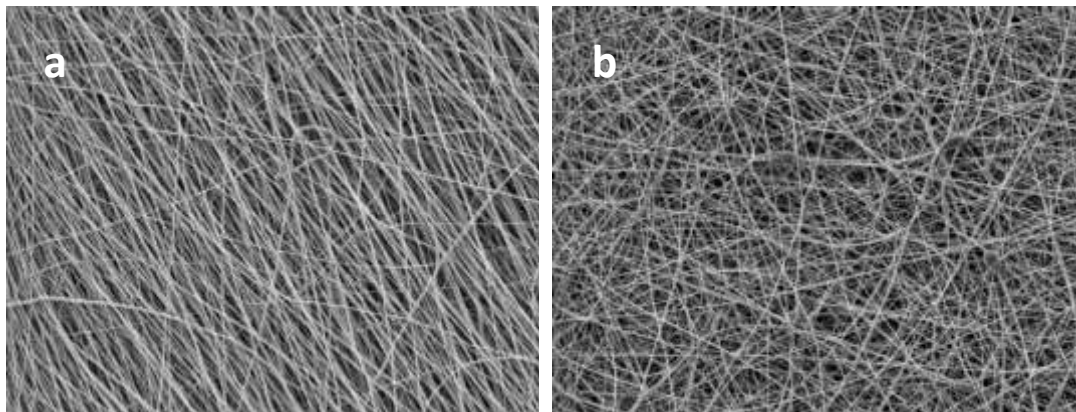


Figura 2 – a) Fibras alinhadas (6000 rpm); b) Fibras desalinhadas (120 rpm).

### **Confecção das matrizes de poliuretano**

Para a confecção das matrizes em poliuretano foi utilizada primeiramente uma matriz de aço inoxidável (Figura 3a), com caixas proximais e oclusal, simulando um espaço para pântico de 7 mm e leitos simulando caixa proximal dos dentes primeiro pré-molar e primeiro molar superior. Essa matriz foi moldada com

silicone Rodhorsil silicone (Clássico Artigos Odontológicos; São Paulo,SP, Brasil) na proporção de 3 a 5% em volume de catalisador, tendo sua completa polimerização em um período de 24 horas. A resina de poliuretano foi preparada na proporção de 1:1 e colocada no molde de silicone, aguardando por 10 minutos até sua polimerização. Foram confeccionadas um total de 50 matrizes, um para cada corpo de prova (Figura 3b).

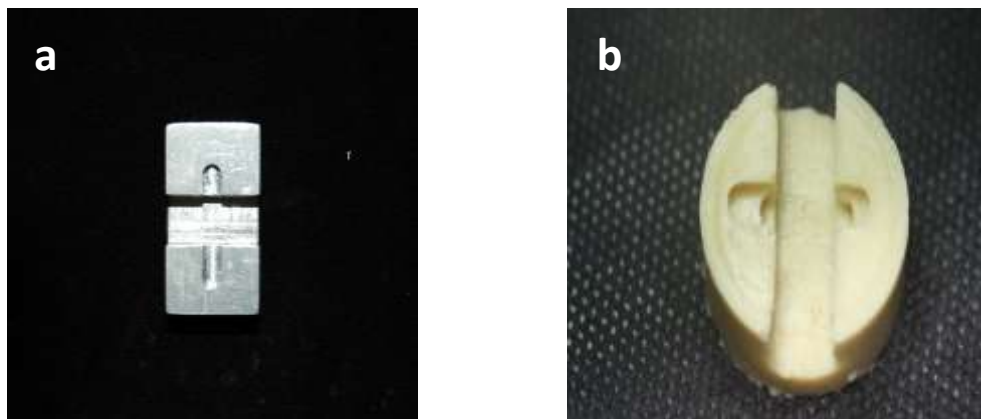


Figura 3 – a) Matriz em aço inoxidável; b) Matriz em poliuretano.

### **Preparo das fibras**

O espaço da caixa destinado a colocação das fibras eletrofiadas de Nylon contendo ou não CNT foi mensurado para que as mesmas fossem cortadas em tamanho apropriado obtendo uma tira de fibras (aproximadamente 3 mm largura x 15 mm comprimento e 250  $\mu\text{m}$  de espessura), com auxílio de uma régua milimétrica e uma tesoura tipo íris reta (Figura 4). A seguir, as tiras de fibras foram embebidas em adesivo Single Bond Universal (3M - ESPE) composto por BISGMA e HEMA (Figura 5), durante 5 minutos para atingir a espessura de 500  $\mu\text{m}$  (Figura 6). Posteriormente, as extremidades e o



centro da tira de fibras foram fotopolimerizados no total de 60 segundos (20 segundos em cada extremidade e 20 segundos no meio) a  $550 \text{ W/cm}^2$  (Figura 7). Essas tiras de fibras foram confeccionadas para serem utilizadas nos grupos 2, 3, 4 e 5 (Figura 8).



Figura 4 – Corte das fibras.



Figura 5 – Adesivo Single Bond Universal – 3M ESPE.

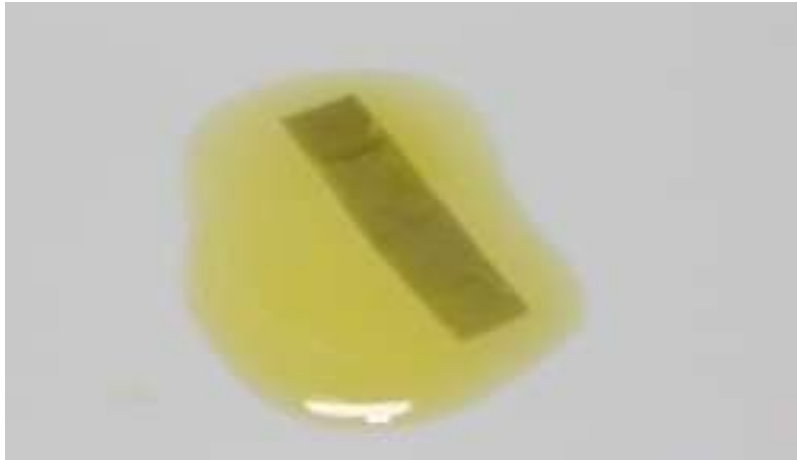


Figura 6 – Embebição da fibra.

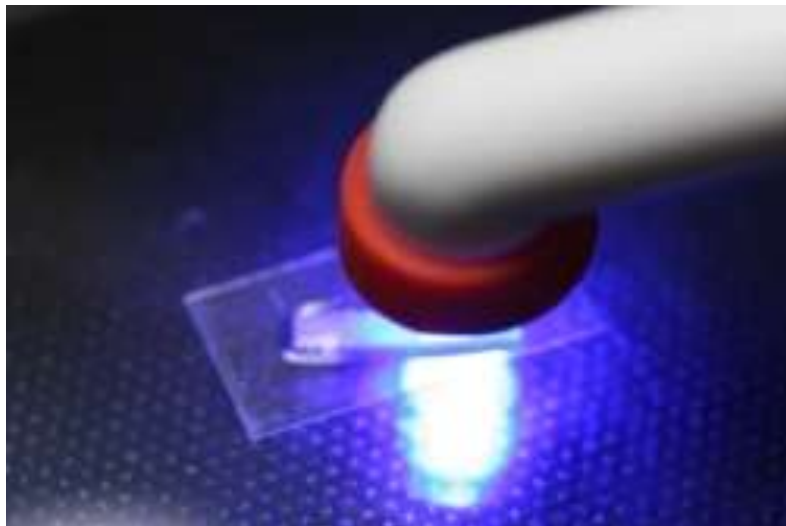


Figura 7 – Fotoativação da fibra.



Figura 8 – Fibra fotoativada.

### **Confecção dos corpos de prova**

Foram confeccionados 50 corpos-de-prova para o ensaio de cada grupo idealizado. Grupo 1- Controle (apenas a resina Charisma – Heraeus Kulzer) e quatro grupos experimentais: Grupo 2 - Resina Charisma + N6 alinhado + CNT; Grupo 3- Resina Charisma + N6 desalinhado + CNT; Grupo 4 - Resina Charisma + N6 alinhado; Grupo 5 - Resina Charisma + N6 desalinhado.

Todos os corpos-de-prova foram confeccionados com resina composta Charisma (Heraeus Kulzer) cor A2 (Figura 9) de mesmo lote de fabricação.



Figura 9 - Resina Charisma (Heraeus Kulzer) cor A2.

Para o grupo 1 (somente resina composta), inicialmente foi colocado um anteparo de metal no sulco central da matriz para oferecer suporte à resina. Logo após, foi colocado um incremento nas caixas proximais e realizada a fotoativação da resina. Em seguida, acrescentou-se incremento de resina para o preenchimento da matriz e realizada a fotoativação em três pontos (extremidades e centro) por 40 segundos cada, com aparelho Radies plus – SDI com energia de 550

mJ/cm<sup>2</sup> (Figura 10). Além disso, na camada mais externa foi utilizada uma matriz de poliéster, com finalidade de padronizar a rugosidade superficial.



Figura 10 - Fotopolimerizador Radium plus – SDI.

Para a confecção dos corpos-de-prova dos grupos experimentais 2, 3, 4 e 5, primeiramente, colocou - se resina nas caixas proximais da matriz e realizou- se a fotoativação (Figura 11). Em seguida, foi acrescentada uma camada de resina (Figura 12), e sobre esta, foi assentada a fibra, confeccionada previamente, e depois foi realizada a ativação da mesma maneira que no grupo 1 (três fotoativações) (Figura 13 e 14). Posteriormente, foi acrescentada a camada mais externa de resina e sobre ela foi colocada uma matriz de poliéster com a finalidade de diminuir a rugosidade superficial (Figura 15), e então foi finalizado a fotoativação deste ultimo incremento (40 segundos extremidade e 40 segundos no centro).



Figura 11 – Resina nas caixas proximais.



Figura 12 – Primeira camada incremental de resina.

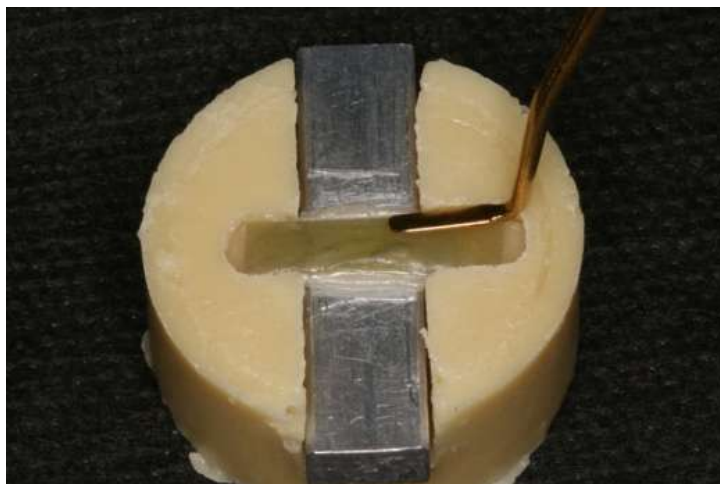


Figura 13 – Deposição da fibra previamente embebida e fotoativada.

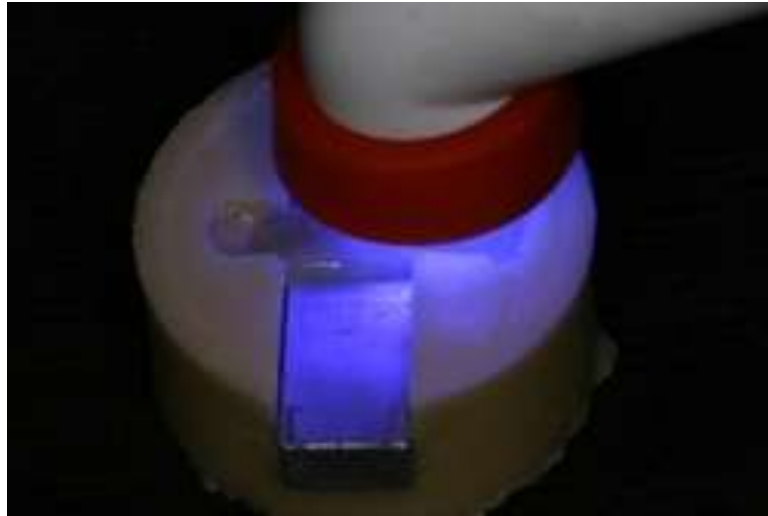


Figura 14 – Fotoativação da primeira camada + fibra.

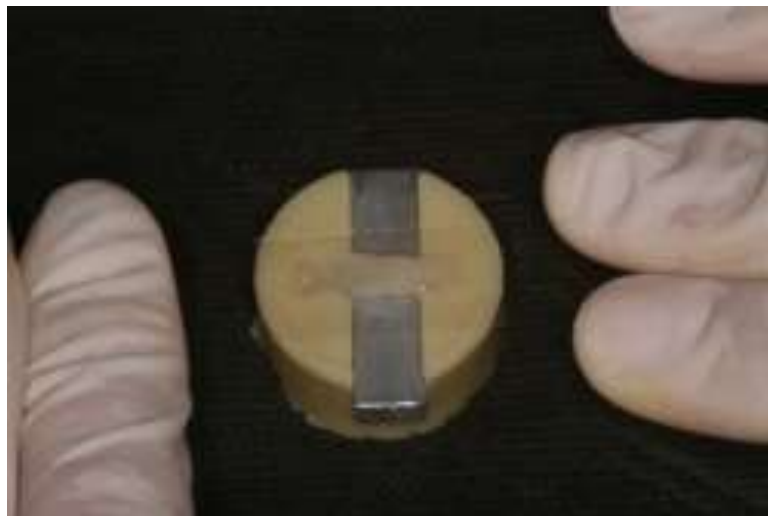


Figura 15 – Último incremento de resina.

### **Acabamento e teste de resistência à fratura**

Após 7 dias de armazenamento em ambiente seco, arejado e na ausência de luz, os corpos- de- prova foram submetidos ao processo de acabamento com pontas diamantadas (Microdont – kit acabamento fino – ref.: 10.801.003) e multilaminadas de 30 lâminas

para remoção de excessos, possibilitando largura uniforme da caixa e um padrão das amostras.

Neste momento foi realizada a medição com paquímetro dos corpos-de-prova confeccionados (Paquímetro Digital DIGIMESS REF: 100.174BL), nas suas três dimensões (largura, espessura e comprimento) (Figura16). Os corpos-de-prova preparados foram apoiados sobre o nicho realizado na matriz e levado para a máquina de ensaio universal (EMIC mod. DL 2000) para o teste de resistência à fratura com velocidade de 1 mm/min, e uma célula de carga de 50 Kgf (Figura 17).



Figura 16 – Medição das dimensões do corpo de prova.



Figura 17–Teste de fratura – EMIC célula de carga de 50 Kgf.

## RESULTADOS

### Avaliação dos grupos experimentais em relação ao controle

A avaliação dos grupos experimentais em relação ao grupo controle foi realizada em duas etapas: controle versus grupos com carbono (CNT-p) e controle versus grupos sem carbono (CNT-a).

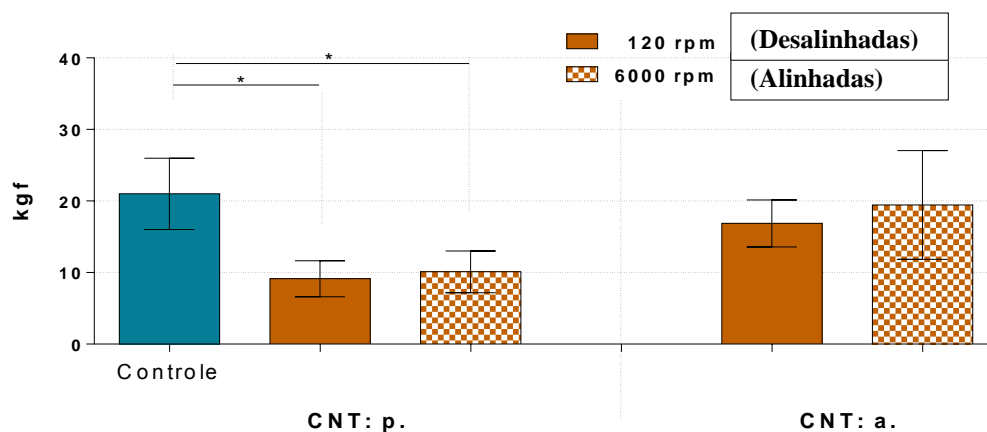


Figura 18 – Gráfico de colunas das médias e desvios-padrão da resistência à fratura dos grupos experimentais, em relação ao grupo controle. Grupos com \* diferem do grupo controle (teste de Dunnet, 5%).



Podemos observar através da análise de Dunnet que os grupos com a presença de carbono (alinhado e desalinhado), diferiram do grupo controle. Já os grupos sem carbono, foram estatisticamente iguais em comparação ao grupo controle.

### **Avaliação do nanotubo de carbono e da orientação das fibras em relação ao teste de resistência à fratura**

Os dados neste experimento foram analisados por meio do teste de Variância dois fatores, mostrado na tabela 1 a seguir.

Tabela 1- Análise de variância para o fator nanotubo de carbono e orientação das fibras

Efeito	Gl	SQ	QM	F	P
CNT	1	729,58	729,58	35,04	0,0001
OF	1	31,77	31,76	1,53	0,2248
CNT*OF	1	6,46	6,45	0,31	0,5810
Erro	36	749,68	20,824		

Pode-se verificar que o fator nanotubo de carbono apresentou ser estatisticamente significativa ( $p = 0,001$ ). Já os efeitos orientação das fibras e a interação entre esses dois fatores não revelou ser estatisticamente significativa.

Tabela 2 - Média ( $\pm$  desvio padrão) dos valores de resistência à fratura (kgf) segundo as condições experimentais. Resultado do teste de comparação múltipla

Concentração (%)	ALINHADO	DESALINHADO
CNT-a	19,46 $\pm$ 7,60 Aa	16,87 $\pm$ 3,28 Aa
CNT- p	10,11 $\pm$ 2,91 Ab	9,13 $\pm$ 2,51 Ab

\*na linha, médias seguidas de letras maiúsculas diferentes, apresentam diferença estatisticamente significativa. (teste de Bonferroni, 5%). \*na coluna, médias seguidas de letras minúsculas diferentes, apresentam diferença estatisticamente significativa (teste de Tukey, 5%).

Quando as médias foram comparadas entre si pelo teste de Bonferroni, observamos as letras maiúsculas na horizontal, em relação à orientação das fibras, nota-se que as fibras alinhadas e desalinhadas não apresentaram diferença estatística entre (Figura 19).

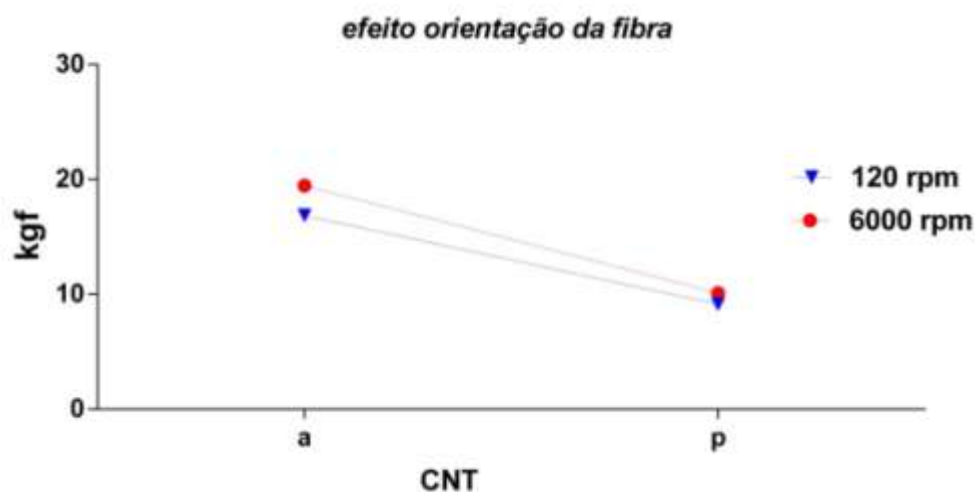


Figura 19 – Gráfico de linhas das médias da resistência à fratura para os grupos experimentais, considerando-se o fator orientação das fibras.

Quando utilizamos o teste de Tukey, com as letras minúsculas na vertical, em relação à presença e ausência de carbono,

verificamos que os grupos com carbono apresentaram menores valores de resistência à fratura (Figura 20).

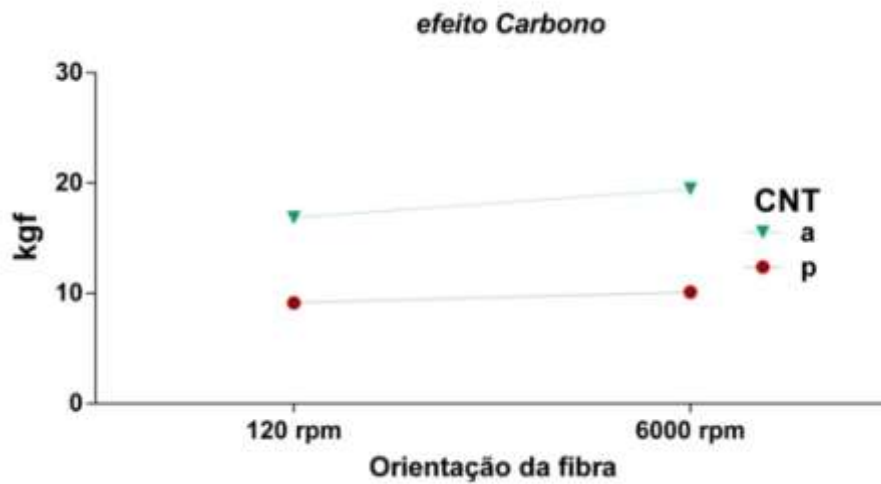


Figura 20 – Gráfico de linhas das médias da resistência à flexão para os grupos experimentais, considerando-se o fator nanotubo de carbono.

### Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

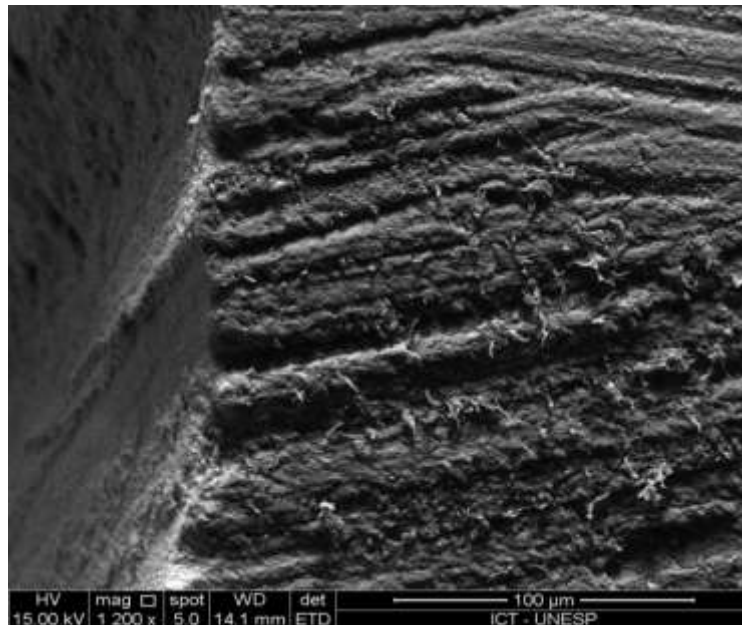


Figura 21 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - corte da amostra de 6000 rpm (fibras alinhadas) + CNT, com visualização da exposição das fibras alinhadas.

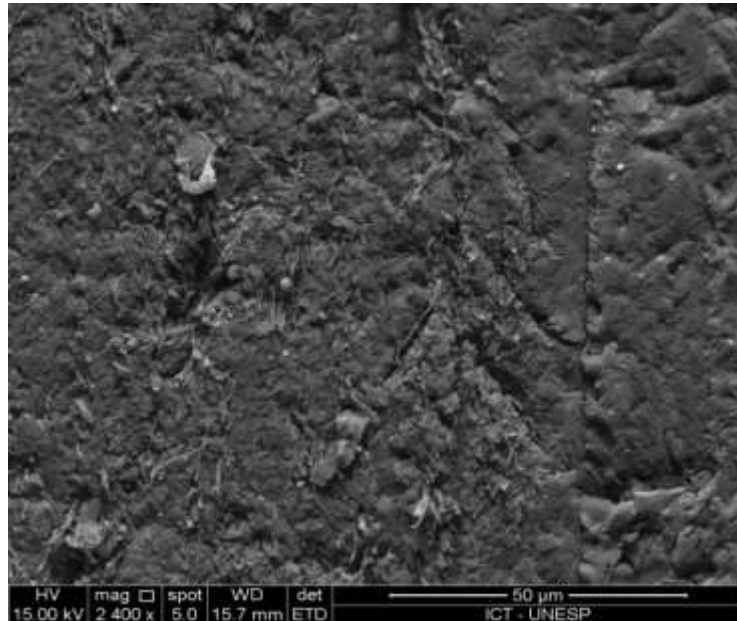


Figura 22 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - corte da amostra de 120 rpm (fibras desalinhadas) + CNT, com visualização da exposição das fibras desalinhadas.

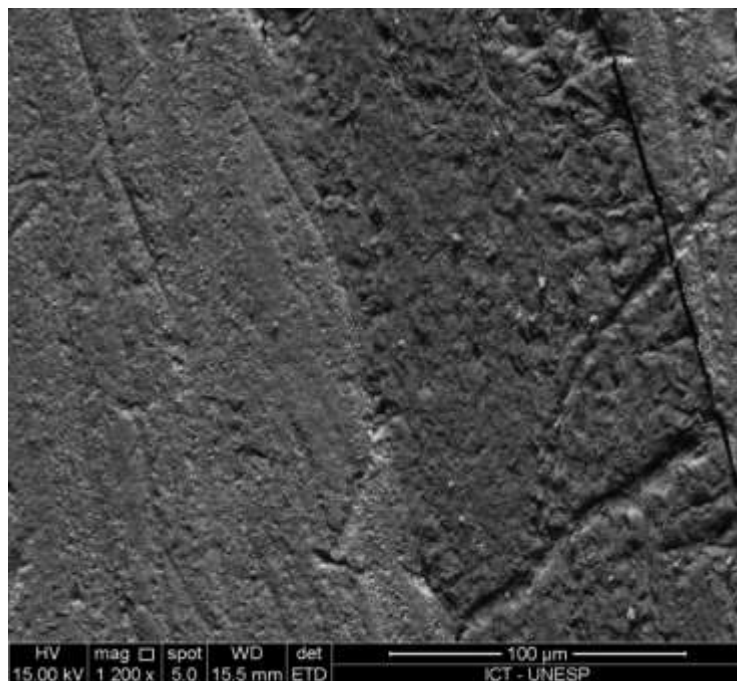


Figura 23 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - corte da amostra de 6000 rpm (fibras alinhadas) + CNT, amostra apresentando gap.

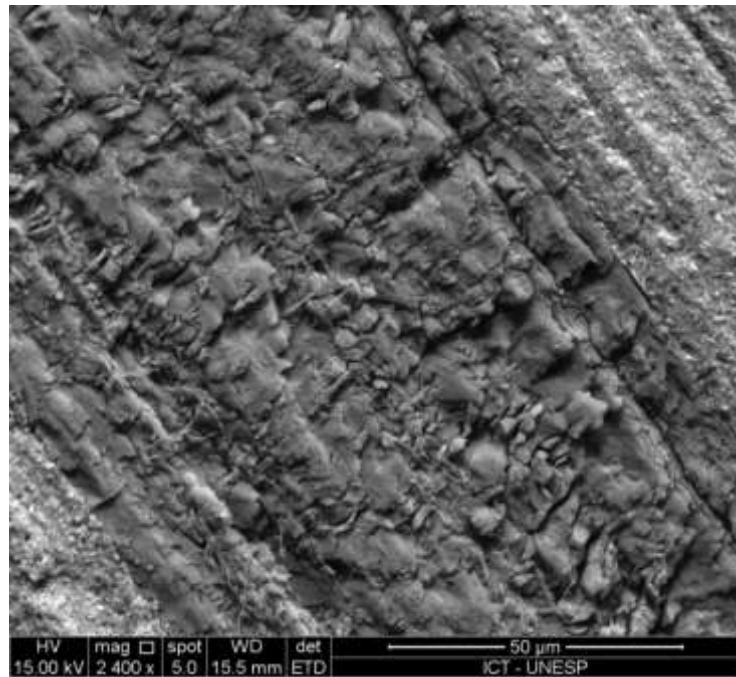


Figura 24 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - corte da amostra de 120 rpm (fibras desalinhadas), com visualização da exposição das fibras desalinhadas.

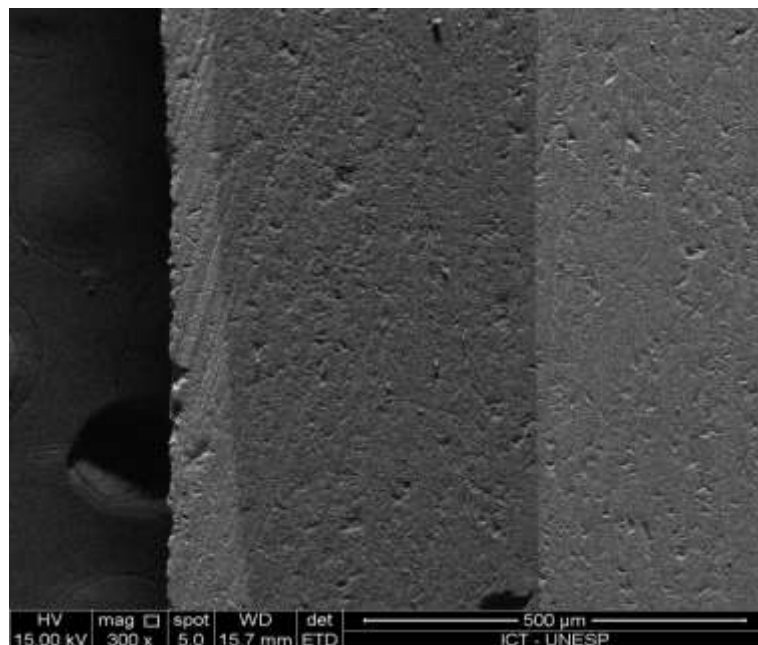


Figura 25 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - corte da amostra de 120 rpm (fibras desalinhadas) + CNT, apresentando a tira de fibra na área de compressão .

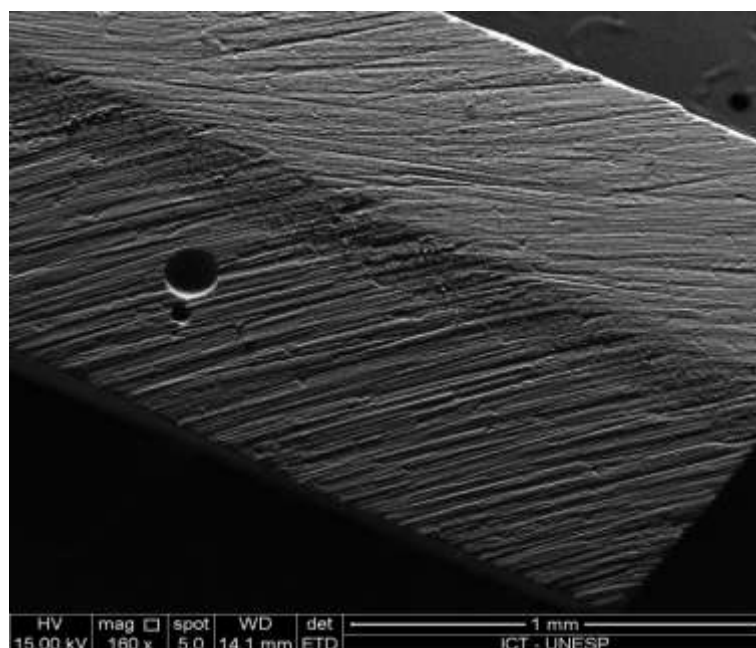


Figura 26 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - corte transversal da amostra de 6000 rpm (fibras desalinhadas) + CNT. Fibra localizada na zona neutra.

## DISCUSSÃO

A substituição de um dente ausente poderia ser realizada através de várias opções terapêuticas, mas devido à crescente demanda estética e o relativo baixo custo, as resinas compostas estão sendo utilizadas na confecção de próteses adesivas tanto na região anterior, bem como na região posterior [14]. No entanto, na região posterior existe um maior risco à falha, devido a uma maior tensão mecânica [69]. Pensando nisto, para proporcionar melhores propriedades mecânicas às estruturas e materiais, fibras foram adicionadas às resinas compostas como reforço, resultando em um melhor desempenho clínico em relação, principalmente, a resistência à flexão e infiltração marginal [14]. Desta forma a escolha terapêutica

para este trabalho foi o método de reforço em PPF adesiva (AD) com nanofibras de *nylon*, obtidas pela técnica de eletrofiação, impregnadas e não impregnadas com nanotubos de carbono.

O nylon é uma poliamida com propriedades importantes tais como força, flexibilidade, e resistência à abrasão [70]. Devido a estas propriedades, as nanofibras N6 obtidas pelo método de eletrofiação têm sido utilizadas para reforçar materiais. Estudos mostram que o reforço de resinas compostas por fibras melhora a sua tenacidade à fratura e resistência [70].

Com relação à metodologia utilizada, optamos pela realização de caixas proximais nos espécimes, pois em estudos anteriores observou-se que o grupo somente com caixa oclusal apresentou valores de resistência à flexão significativamente mais baixos ( $146,3 \pm 65,3$  N) em relação ao grupo com caixa oclusal e proximais ( $213,5 \pm 48,9$  N) [14]. Desta forma, tentamos eliminar esta variável confeccionando todos os espécimes da mesma maneira, com a presença de caixas proximais.

Nesse estudo, a presença de carbono diminui os valores de resistência à flexão. Quando foi realizada a análise em MEV, verificou-se que algumas fibras ficaram na periferia da amostra, onde se encontra a zona de compressão. Nesta região, ela não tem efeito de reforço, uma vez que os compósitos fraturam por tração e não por compressão [72]. A baixa fração em massa de nanotubos na fibra utilizada (1,5%) pode também servir como hipótese para os resultados negativos.

Na metodologia empregada neste estudo, utilizamos a fibra através da “técnica do sanduíche”, em que a fibra foi inserida entre os incrementos de resina. Isto pode ter gerado a presença de gaps (fissuras), que pode ter enfraquecido o material como um todo. A falta de adesão entre a fibra e a resina não possibilita criar um "monobloco" (homogêneo) do material [14]. Outra hipótese possível seria que a pequena dimensão dos espécimes pode ter sido, em parte, responsável pelas menores médias nos grupos que continham fibras, uma vez que a força do material reforçado é dependente do volume das fibras [14].

No nosso estudo não houve diferença entre as fibras alinhadas e desalinhadas, entretanto, não realizamos nenhum tratamento de superfície adicional nas fibras, além da imersão em sistema adesivo, para garantir uma melhor união com a resina composta.

Em estudo anterior foi verificado que a utilização de fibras como reforço não melhorou a resistência à flexão do compósito dentário, assim como foi observado no nosso trabalho. Entretanto, deve-se ressaltar que nesse estudo, utilizou-se a técnica com fibras de vidro [73]. Os autores acreditam que isto pode ter ocorrido devido a uma falta de ligação entre a fibra e a resina.

O trabalho de Fong et al. [9] revelou que a impregnação de 5% (fração de massa) de nanofibras de nylon como partícula de carga na matriz resinosa de Bis-GMA/TEGDMA resina (50/50 peso) melhorou a resistência à fratura em 42%, a resistência à flexão em 36%, e o módulo de elasticidade em 26%. A utilização do nylon como partícula de carga não foi avaliada



no nosso trabalho, pois tentamos reforçar uma resina comercial já existente.

O presente estudo utilizou-se de uma técnica com nanofibras de *nylon 6*, alinhadas e desalinhadas, em simulações de preparo para prótese fixa adesiva, não devendo desta forma ter seus dados extrapolados para outros tipos de técnica, com diferentes fibras e/ou preparos, entre tantas outras variáveis, as quais poderão influenciar nos resultados clínicos. Estudos futuros devem avaliar a realização de tratamentos de superfície que melhorem a adesão das fibras a resina e/ou utilização do *nylon* como partícula de carga.

## **CONCLUSÃO**

A orientação das fibras não influencia na resistência mecânica das resinas. A incorporação das nanofibras de *nylon* com nanotubos de carbono, diminuiu os valores de resistência à flexão. A presença de fibras não foi capaz de melhorar a resistência do material, em nenhuma das situações estudadas.

## **REFERÊNCIAS**

1. Beletato AC, Zaze CA, dos Santos PH, Maeda FA, Naoe HT, Catelan A. Prótese parcial fixa adesiva com sistema Targis-Vectris: relato de caso clínico. Rev Odontol Araçatuba. 2008 Jul-Dez;29 (2):52-6.

2. Michelon C, Hwas A, Borges MF, Marchiori JC, Susin AH. Restaurações diretas de resina composta em dentes posteriores: considerações atuais e aplicação clínica. RFO. 2009 Set-Dez;14(3):256-61.
3. 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 Adv Prosthodont. 2012 Feb;4(1): 30-6. doi: 10.4047/jap.2012.4.1.30
4. Spyrides SMM, Bastian FL. In vitro comparative study of the mechanical behavior of a composite matrix reinforced by two types of fibers (polyethylene and glass). Mater Sci Eng, C. 2004;24(5): 671–7.
5. Liu GJ, Qiao, Dymov BP, Gleeson JT. Polystyrene-block-poly (2-cinnamoyl ethyl methacrylate) nanofibers: preparation, characterization, and liquid crystalline properties. Chem Eur J. 1999;5:2740-9. Doi: 10.1002/(SICI)1521-3765(19990903)5:9<2740::AID-CHEM2740>3.0.CO;2v.
6. Huang ZM, Zhang YZ, Kotaki M, Ramakrishna S. A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. Compos Sci Technol. 2003 Nov;63:2223-53.
7. Wang Y, Furlan R, Ramos J, Santiago-Aviles JJ. Synthesis and characterization of micro/ nanoscopic PB ( ZR 0.52 Ti0.48) O3 fibers by eletrospinning. Appl Phys. 2004;78:1043-7. Doi: 10.1007/s00339,003-2152-2.
8. Bottino MC, Thomas V, Janowski GM. A novel spatially designed and functionally graded electrospun membrane for

- periodontal regeneration. *Acta Biomater.* 2011 Jan;7(1):216-24. doi: 10.1016/j.actbio.2010.08.019. Epub. 2010 Aug 27.
9. Liao H, Wu Y, Wu M, Zhan X, Liu H. Aligned electrospun cellulose fibers reinforced epoxy resin composite films with high visible light transmittance. *Cellulose.* 2012;19:111–9. doi:10.1007/s10570-011-9604-1.
  10. Fong H. Electrospun nylon 6 nanofiber reinforced BIS-GMA/TEGDMA dental restorative composite resins. *Polymer.* 2004Apr;45:2427–32. doi:10.1016/j.polymer.2004.01.067.
  11. Ellakwa AE, Shortall AC, Shehata MK, Marquis PM. Influence of bonding agent composition on flexural properties of an Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Fiber-Reinforced Composite. *Oper Dent.* 2002 May;27(2):184-91.
  12. Stipho HD. Repair of acrylic resin denture base reinforced with glass fiber. *J Prosthet Dent.* 1998 Nov; 80(5):546-50.
  13. Dyer SR, Lassila LVJ, Jokinen M, Vallittu PK. Effect of fiber position and orientation on fracture load of fiber reinforced composite. *Dent Mater.* 2004Dec;(20):947–55.
  14. Callister WD, Rethwisch DG. *Materials science and engineering: an introduction.* 9<sup>th</sup> ed. New York: Wiley; 2013.
  15. Costa AKF, da Silva LH, Saavedra GS, Paes TJ Jr, Borges AL. Flexural strength of four adhesive fixed dental prostheses of composite resin reinforced with glass fiber. *J Adhes Dent.* 2012Feb;14(1):47-50. doi:10.3290/jad.a21847.
  16. Turagam N, Mudrakola DP. Effect of micro-additions of carbon nanotubes to polymethyl methacrylate on reduction in polymerization

shrinkage. *J Prosthodontics*. 2012 Feb;22:105-11.doi:10.1111/.1532-849x.2012.00917.x.

17. Borges ALS, Munchow EA, Souza ACO, Yoshida T, Vallittu P, Bottino MC. Effect of random/aligned nylon-6/MWCNT fibers on dental resin composite reinforcement. *J Mech Behav Med Mater*. 2015 Aug;48:134–44. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.03.019

18. de Melo PCJ, Cardoso RM, Magalhães BG, Guimarães RP, Silva CHV, Beatrice LCS. Selecionando corretamente as resinas compostas. *Int J Dent (Recife)*. 2011Abr;10(2):91.

19. Walker MP, Spencer P, David Eick J. Mechanical property characterization of resin cement after aqueous aging with and without cyclic loading. *Dent Mater*. 2003 Nov;19:645-52.

20. Li ZC, White SN. Mechanical properties of dental luting cements. *J Prosthet Dent*. 1999;81(5):597-609.

21. Reis A, Loguercio AD. Materiais dentários restauradores diretos: dos fundamentos à aplicação clínica. São Paulo: Santos; 2007.

22. Mohsen NM, Craig RG. Hydrolytic stability of silanated zirconia-sílica-urethane dimethacrylate composites. *J Oral Rehabil*. 1995;22(3):213-20.

23. Fujishima A, Ferracane JL. Comparison of four modes of fracture toughness testing for dental composites. *Dent Mater*. 1996 Mar;12:38- 43.

24. Miyazaki M, Oshida Y, Moore BK, Onose H. Effect of light exposure on fracture toughness and flexural strength of light-cured composites. *Dent Mater*. 1996 Nov;12:328-32.

25. de Góes MF. Cimentos resinosos: restaurações de resina composta em dentes posteriores. São Paulo: Artes Médicas; 1998. [Série EAP/APCD].
26. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. *Int J Prosthodont*. 2004 May-Jun;17(3):357- 63.
27. Galati A. Cerômeros com reforço de fibras: considerações gerais e relato de um caso clínico. *J Bras Clin Odontol Int*. 2000;4(22):72-5.
28. Godoy VAG. Processamento de nanofibras de poliamida 66/ nanotubos de carbono de múltiplas camadas por eletrofiação [dissertação]. São Carlos (SP): Universidade Federal de São Carlos-Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia; 2010.
29. Costa RGF, de Oliveira JE, de Paula GF, Picciani PHS, Medeiros ES, Ribeiro C, et al. Eletrofiação de polímeros em solução. Parte I: fundamentação teórica. *Polímeros*. 2012;22(2):170-7.doi:http://dx.doi.org/10.1590/S0104-1428.
30. Guerrini LM, Branciforti MC, Bretas RES. Eletrofiação do poli (álcool vinílico) via solução aquosa. *Polímeros: Cienc Tecnol*. 2006;16(4):286-93.
31. Shin YM, Hohman MM, Brenner MP, Rutledge GC. Electrospinning: a whipping fluid jet generates submicron polymer fibers. *App Phys Lett*. 2001 Feb;78(8):1149–51.
32. Frenot A, Chronakis IS. Polymer nanofibers assembled by electrospinning. *Curr Opin Colloid Interface Sci*. 2003;8:64-75.

33. Deitzel JM, Kleinmeyer J, Harris D, Tan NCB. The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles. *Polymer*. 2001;42(1):261-72.
34. dos Santos CR, Bretas RED, Branciforti MC, Canova T. Preparação e caracterização de nanofibras de nanocompósitos de poliamida 6,6 e argila montmorilonita. *Polímeros*. 2011;21(5): 398-408.
35. Yang Y, Jia Z, Hou L, Li Q, Wang L, Guan Z. Controlled deposition of electro spinning jet by electric field distribution from an insulating material surrounding the barrel of the polymer solution. *IEEE T Dielec*. 2008 Fev;15(1):269-76.doi: 10.1109/T-DEI.2008.4446760.
36. Li D, Wang Y, Xia Y. Electrospinning nanofibers as uniaxially aligned arrays and layer-by-Layer Stacked Films. *Adv Mater*. 2004;16(4):361-6. doi: 10.1002/adma.200306226.
37. Medeiros ES, Mattoso LHC, Ito EN, Gregorski KS, Robertson GH, Offeman RD, et al. Eletrospun nanofibers of poly (vinyl alcohol) reinforced with cellulose nanofibrils. *J Biobased Mater Bioenergy*. 2008;2(3):231-42.
38. Yan H, Liu L, Zhang, Z. Alignment of eletrospun nanofibers using dielectric materials. *Appl Phys Lett*. 2009;95:143114. doi: 10.1063/1.3242378.
39. Fong H, Chun I, Reneker DH. Beaded nanofibers formed during eletrospinning. *Polymer*. 1999 Jul;40(16):4585-92. doi:10.1016/S0032-3861(99)00068-3.

40. Sánchez FAL. Produção por dip coating e caracterização de revestimentos compósitos de poliuretano/ alumina sobre fibras de poliamida 6 [dissertação]. Porto Alegre (RS). Universidade Federal do Rio Grande do Sul; 2009.
41. Lewin M, editor. Handbook of fiber chemistry. 3<sup>th</sup> ed. Florida: Taylor & Francis Group; 2007.
42. Wiebeck H, Harada J. Plásticos de engenharia: tecnologia e aplicações. São Paulo: Artliber; 2005.
43. Welgos RG. Encyclopedia of polymer science and engineering. 2<sup>nd</sup> ed. New York: John Willey and Sons; 1985.
44. International Standard Organization. ISO/TS 80004-1: 2010: Nanotechnologies: vocabulaire- Part 1 : core terms [Internet]. Geneva:ISSO;2010 [citado em Jul 2015]. Disponível em: [http://www.iso.org/iso/catalogue\\_detail.htm?csnumber=51240](http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm?csnumber=51240)
45. Lewinski N, Colvin V, Drezek R. Cytotoxicity of nanoparticles. *Small*. 2008;4(1):26-49. doi: 10.1002/smll.200700595.
46. Chen X, Schluesener HJ. Nanosilver: a nano product in medical application. *Toxicol Lett*. 2008Jan;176(1):1-12.
47. Shaffer C. Nanomedicine transforms drug delivery. *Drug Discov Today*. 2005Dec;10(23-24):1581-2.
48. Sahoo SK, Parveen S, Panda JJ. The present and future of nanotechnology in human health care. *Nanomedicine*. 2007 Mar;3(1):20-31.
49. Moore MN. Do nanoparticles present ecotoxicological risks for the health of the aquatic environment? *Environ Int*. 2006 Dec;32(8):967-76.

50. Paschoalino MP, Marcone GPS, Jardim WF. Os nanomateriais e a questão ambiental. *Quím Nova*. 2010;33(2):421-30.
51. Zarbin AJG. Química de (nano) materiais. *Quím Nova*. 2007;30(6):1469-79.
52. Fagan SB, Silva AJR, Mota R, Baierle RJ, Fazzio A. Functionalization of carbon nanotubes through the chemisorption of a toxic molecule. *Phys Rev B*. 2003 Jan;67(3):33405-8.
53. Bardi G, Tognini P, Ciofani G, Raffa V, Costa M, Pizzorusso T. Pluronic-coated carbon nanotubes do not induce degeneration of cortical neurons in vivo and in vitro. *Nanomedicine*. 2009 Mar;5(1):96-104. doi: 10.1016/j.nano.2008.06.008.
54. Malarkey EB, Parpura V. Carbon nanotubes in neuroscience. *Acta Neurochir Suppl*. 2010;106:337-41. doi: 10.1007/978-3-211-98811-4\_62.
55. Dresselhaus MS, Dresselhaus G, Eklund PC. Science of fullerenes and carbon nanotubes. San Diego: Academic Press; 1996.
56. Herbst MH, Macêdo MIF, Rocco AN. Tecnologia dos nanotubos de carbono: tendências e perspectivas de uma área multidisciplinar. *Quim. Nova*. 2004;27(6):986-92.
57. Rochette AL. Attachment of a splint to enamel of lower anterior teeth. *J Prosthet Dent*. 1973 Oct;30(4Pt 1):418-23.
58. Rached AA, Freitas CRB, Ahid F, Andrade MF. Prótese adesiva posterior com sistema sculpture/fibrekor: relato de caso clínico. *PCL: Rev Bras Protóclín Labor*. 2000;2:7-15.
59. Rehder Filho P. Prótese adesiva: uma revisão de literatura. *Rev Assoc Paul Cir Dent*. 1991;45:421-4.



60. Pospiech P, Rammelsberg P, Goldhofer G, Gernet W. All-ceramic resin-bonded bridges. A 3-dimensional finite-element analysis study. *Eur J Oral Sci.* 1996Aug;104:390-5.
61. Zugliani RA, Moreira SMS, Zugliani MP. Prótese adesiva imediata: uso de uma nova geração de resinas reforçadas. *Rev Bras Odontol.* 1999;56:288-90.
62. Kern M, Fechtig T, Strub JR. Influence of water storage and thermal cycling on the fracture strength of all-porcelain, resin-bonded fixed partial dentures. *J Prosthet Dent.* 1994Mar;71:251-6.
63. Kiliçarslan MA, Kedici PS, Kucukesmen HC, Uludag BC. In vitro fracture resistance of posterior metal-ceramic and all-ceramic inlay-retained resin-bonded fixed partial dentures. *J Prosthet Dent.* 2004Oct;92(4):365-70.
64. Mito RS, Caputo AA, James DF. Load transfer to abutment teeth by two non-metal adhesive bridges. *Pract Periodontics A esthet Dent.* 1991Oct;3:31-7.
65. Almeida EES, Nishioka RS, Guimarães MP, Bottino MA. Prótese fixa adesiva sem metal com fibras de polietileno e resina solidex - apresentação laboratorial e clínica. *PCL: Rev Bras Prót Clín Labor.* 2000;2:44-50.
66. Pospiech P, Rammelsberg P, Unsold F. A new design for all-ceramic resin-bonded fixed partial dentures. *Quintessence Int.* 1996Nov;27(11):753-8.
67. Felipe LA, Baratieri LN, Monteiro Júnior S, Andrada MAC, Vieira LCC. Fibras de reforço para uso odontológico - fundamentos

básicos e aplicações clínicas. Rev Assoc Paul Cir Dent. 2001;55:245-50.

68. Campanha NH, Seó RS, Segalla JCM, da Silva RHB. Próteses adesivas sem metal. Uma revisão de literatura. Rev Odontol UNESP. 2005;34(3):119-28.

69. Mônico C, Scotti R, Valandro LF, Bottino MA. Prótese adesiva em resina composta reforçada por fibra: relato de caso clínico. Int J Braz Dent. 2010Jan-Mar;2(4):387-91.

70. Rappelling G, Coccia E. Fiber-reinforced composite fixed partial denture to restore missing posterior teeth: a case report. J Contemp Dent Pract. 2005Nov;6(4):168-77.

71. Hamilton MF, Otte AD, Gregory RL, Pinal R, Zandon AFZ, Bottino MC. Physicomechanical and antibacterial properties of experimental resin-based dental sealants modified with nylon-6 and chitosan nanofibers. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2015 Nov;103(8):1560-8. doi: 10.1002/jbm.b.33342.

72. Medeiros RS. Resistência à flexão, sorção, solubilidade e estabilidade da cor de compósitos odontológicos reforçados por fibras [tese]. São Paulo (SP): USP-Univ de São Paulo; 2012.

73. Souza ROA, Mesquita AMM, Pavanelli CA, Nishioka RS, Bottino MA. Avaliação da resistência à flexão de três resinas compostas de uso laboratorial. Int J Dent (Recife). 2005 Jul-Dez;4(2):50-4.