



Luis Carlos de Moraes e Silva Junior

**Desenvolvimento de uma Membrana
Odontológica de Politetrafluoretileno
(PTFE).**

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação de Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos da PUC-Rio como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos

Orientador: Roberto Ribeiro de Avillez
Co-orientador: Guaracilei Maciel Vidigal Junior

Rio de Janeiro
Abril de 2010



Luis Carlos de Moraes e Silva Junior

**Desenvolvimento de uma Membrana
Odontológica de Politetrafluoretileno
(PTFE).**

Dissertação apresentada como requisito parcial para
obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-
graduação de Engenharia de Materiais e de
Processos Químicos e Metalúrgicos do Centro
Técnico Científico da PUC-Rio. Aprovada pela
Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Roberto Ribeiro de Avillez

Orientador e Presidente
Departamento de Engenharia de Materiais – PUC-Rio

Prof. Guaracilei Maciel Vidigal Junior

Co-orientador
Universidade do Grande Rio – UNIGRANRIO

Prof. Glória Dulce de Almeida Soares

Universidade Federal do Rio de Janeiro –
COPPE/UFRJ

Prof. José Roberto Moraes D`Almeida

Departamento de Engenharia de Materiais – PUC-Rio

Prof. José Eugênio Leal

Coordenador Setorial do Centro
Técnico Científico da PUC-Rio

Rio de Janeiro, 14 de abril de 2010

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem a autorização da universidade, do autor e do orientador.

Luis Carlos de Moraes e Silva Junior

Graduou-se em Odontologia na UNIGRANRIO (Universidade do Grande Rio – Duque de Caxias) em 2004. Pós-graduado em Implantodontia Oral na UNIGRANRIO em 2007. Professor do curso de Implantodontia Oral na UNIGRANRIO desde 2007.

Ficha Catalográfica

Silva Junior, Luis Carlos de Moraes e

Desenvolvimento de uma membrana odontológica de politetrafluoretileno (PTFE) / Luis Carlos de Moraes e Silva Junior; orientador: Roberto Ribeiro de Avillez; co-orientador: Guaracilei Maciel Vidigal Junior – 2010.

82 f.: il. (color.); 30 cm

Dissertação (mestrado)—Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia de Materiais, 2010.

Inclui bibliografia

1. Engenharia de materiais – Teses. 2. Membrana não-absorvível. 3. Porosidade. 4. Polímero. 5. PTFE. 6. Processamento de imagem. I. Avillez, Roberto Ribeiro de. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia de Materiais. III. Título.

CDD: 620.11

Para os meus pais, Luis e Maria, minha
noiva Vivian e minha irmã Amanda,
pelo apoio e paciência.

Agradecimentos

Ao Professor Roberto Ribeiro de Avillez, meu orientador, pelo estímulo, compreensão e parceria para a realização desta pesquisa.

Ao Professor Guaracilei Maciel Vidigal Junior, meu coorientador, pela formação acadêmica e estímulo na área odontológica e na área da pesquisa.

Ao Professor Sidnei Paciornik pela ajuda e um amplo aprendizado.

Ao Professor José Roberto D`Almeida pelo apoio no laboratório da PUC-Rio e acesso a COPPE.

A Professora Glória Dulce de Almeida Soares pelo apoio e acesso aos laboratórios da COPPE.

Ao Técnico Nelson Alexandre Barbosa ajudou na produção das máquinas para a realização do trabalho.

Ao Marcos Vinicius Maurício pela ajuda no microscópio eletrônico de varredura.

A Rose e Leonardo pela compreensão e amizade.

A Carmem Lúcia pela compreensão nos e-mails.

Aos meus pais, minha irmã e minha noiva, Vivian, pela ajuda e, principalmente, paciência nas horas de estudo.

RESUMO

Silva Jr., Luis Carlos de Moraes; Avillez, Roberto Ribeiro; Vidigal Jr., Guaracilei Maciel. **Desenvolvimento de uma membrana odontológica de politetrafluoretileno (PTFE)**. Rio de Janeiro, 2010, 82p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Membranas de politetrafluoretileno (PTFE) são empregadas na odontologia como barreiras biocompatíveis para impedir o crescimento de células impróprias para a regeneração óssea guiada. Uma das membranas comerciais mais usadas mundialmente é a Gore-Tex[®], desenvolvida e comercializada desde a década de oitenta. Membranas similares têm surgido nos últimos anos, desde o término do período de proteção da patente da membrana Gore-Tex[®]. No entanto, não existe ainda membrana com propriedades similares fabricadas no Brasil. A pesquisa proposta objetivou desenvolver uma membrana de PTFE com características semelhantes às da membrana Gore-Tex[®], em particular, a morfologia superficial e a presença de porosidade. A fabricação da membrana depende do uso de uma fita que pode ser obtida por extrusão de partículas de PTFE. A fita é tracionada em duas direções distintas, uma no sentido original das fibras do PTFE e outra perpendicular, sob condições térmicas apropriadas. A morfologia final da membrana resulta da superposição e união de duas fitas processadas. O material inicialmente foi analisado calorimetria diferencial de varredura. A morfologia das membranas foi analisada por microscopia eletrônica de varredura e a porosidade estimada por processamento digital de imagens, empregando o programa KS400. Foi possível estabelecer um procedimento de fabricação envolvendo tracionamento e tratamento térmico capazes de fornecer membranas com morfologia e porosidade semelhantes às das membranas comercializadas pela W.L. Gore & Associates.

Palavras-chave

Membrana não-absorvível; porosidade; polímero; PTFE e processamento de imagem.

ABSTRACT

Silva Jr., Luis Carlos de Moraes; Avillez, Roberto Ribeiro (Advisor); Vidigal Jr., Guaracilei Maciel (Advisor). **Development of a polytetrafluoroethylene (PTFE) dental membrane**. Rio de Janeiro, 2010, 82p. MSc. Dissertation – Departamento de Engenharia de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Polytetrafluoroethylene (PTFE) Membranes are used in dentistry as biocompatible barriers to prevent undesired cells growth for guided bone regeneration (GBR). One of the most worldwide used commercial membrane is Gore-Tex[®]. This membrane was developed and marketed since the eighties decade of the last century. Similar membranes have emerged in recent years, since the end of the patent protection period of the Gore-Tex[®]. However, there is not any membrane with similar properties manufactured in Brazil. The proposed research aimed to develop a PTFE membrane with similar characteristics to the Gore-Tex[®] membrane, in particular, the surface morphology and the porosity presence. The manufacturer of the membrane uses a tape that can be obtained by extrusion of PTFE particles. The tape is pulled in two different directions; one in the original fiber is direction and the other in a perpendicular, direction under appropriate thermal conditions. The final membrane morphology resulted from the overlapping and union of two processed tapes. The starting material was analyzed by differential scanning calorimetric. The morphology of the membranes was analyzed by scanning electron microscopy and the porosity estimated by digital image processing, using the KS400 program. It was possible to establish a procedure involving pulling, tractioning and heat treatment that provides membranes with similar morphology and porosity of the PTFE-e membranes marketed by W.L. Gore & Associates.

Keywords

Non-absorbable membrane; porosity; polymer; PTFE and image processing.

Sumário

1. Introdução	18
2. Revisão Bibliográfica	20
2.1. Regeneração tecidual guiada	20
2.2. Materiais para barreira na cirurgia regenerativa	21
2.3. Regeneração óssea guiada	22
2.4. Fabricação de membranas de PTFE	24
2.4.1. Polímero PTFE	24
2.4.2. Processo de polimerização	26
2.4.3. Produção da membrana	28
3. Técnicas de análises	37
3.1. Processamento e análise digital de imagem	37
3.2. Microscópio eletrônico de varredura (MEV)	40
3.2.1. Princípios básicos de funcionamento do MEV	40
3.2.2. Componentes do MEV	41
3.2.3. Preparação de amostras	41
3.2.4. Calorimetria diferencial de varredura (DSC)	42
4. Materiais e Métodos	44
4.1. Materiais utilizados	44
4.2. Preparação do PTFE	44
4.3. Tracionamento e laminação	47
4.4. Caracterizações físicas	51
4.5. Microestrutura e porosidade	52

5. Resultado e Discussão	53
5.1. Preparação da membrana A	53
5.2. Preparação da membrana B	54
5.3. Caracterização da membrana	55
5.3.1. Análise do ponto de fusão	55
5.3.2. Caracterização Microestrutural	56
5.3.3. Análise de porosidade	60
6. Conclusões	78
6.1 Trabalhos futuros	78
7. Referências bibliográficas	79

Lista de figuras

Figura 1 - Instalação de implante com enxerto ósseo particulado e instalação de uma membrana para a regeneração óssea guiada.	22
Figura 2 - Imagem no microscópio eletrônico de varredura (MEV) da membrana TefGen-FD®.	23
Figura 3 - Imagem no MEV da membrana Gore-Tex®.	24
Figura 4 - Primeira etapa: extrusão do polímero. Segunda etapa: passagem do polímero por dois tipos de laminadores. Terceira etapa: tracionamento da fita.	30
Figura 5 - Demonstração de como é realizado a extrusão do polímero, o pistão pressiona o material, que sofre um processo duplo de redução do diâmetro, em relação ao início do processo.	31
Figura 6 - No tracionamento, a membrana foi colocada entre duas placas: uma aquecida a 420 °C e outra a 5 °C.	31
Figura 7 - Visualização no MEV das fibras poliméricas após o tracionamento.	32
Figura 8 - Imagem no MEV da membrana após o tracionamento no sentido das fibras (a) e perpendicular ao sentido das fibras (b).	33
Figura 9 - Imagem no MEV após tracionamento bilateral, observando um aumento dos espaços entre as fibras poliméricas.	33
Figura 10 - Processo de fabricação da membrana: 1- extrusão do polímero. 2- Laminação para diminuir a espessura da fita. 3- Processo de tracionamento aquecido. 4- Ventilador aquecido.	34
Figura 11 - Imagem da membrana no MEV. Observar o direcionamento das fibras.	35
Figura 12 - O tracionamento foi realizado na direção da seta, observando que as fibras seguiram o sentido do tracionamento.	35

Figura 13 - União das técnicas PDI e ADI.	38
Figura 14 - Polímero 601A comercializado pela DuPont™ misturado ao óleo.	45
Figura 15 - Misturador automático.	46
Figura 16 - Extrusão da fita.	46
Figura 17 - Fita pós-extrusão.	47
Figura 18a - Motor conectado ao parafuso de rosca sem fim.	48
Figura 18b - Imagem, vista de cima, de toda a máquina.	48
Figura 19a - Instalação das resistências dentro dos rolos do laminador.	48
Figura 19b - Imagem do laminador observando os fios da resistência.	49
Figura 20 - Tracionamento da fita com aquecimento.	50
Figura 21 - Primeiro tracionamento no sentido paralelo as fibras.	50
Figura 22 - Segundo tracionamento da fita, no sentido perpendicular às fibras.	51
Figura 23 - Laminação da membrana reduzindo a espessura.	51
Figura 24 - Fita, após a extrusão, para ser utilizada para a confeção da membrana A.	54
Figura 25 - Observação do rompimento da fita da membrana A durante o processo de tracionamento.	55
Figura 26 - Visualização morfológica da membrana Gore-Tex® observada no MEV.	57
Figura 27 - Visualização morfológica da membrana B observada no MEV.	57
Figura 28 - Visualização morfológica da membrana Bionnovation observada no MEV.	58
Figura 29 - EDS da Membrana Gore-Tex®.	58
Figura 30 - EDS da Membrana A.	59
Figura 31 - EDS da Membrana B.	59
Figura 32 - EDS da Membrana Bionnovation.	60
Figura 33 - Imagem de MEV da membrana Gore-Tex®, selecionada para o processamento digita de imagem.	62

Figura 34 - Imagem da membrana Gore-Tex® sendo analisada por meio do processamento digital de imagem, com auxílio do programa KS 400. Observar, neste campo, o predomínio de poros de 0,01 até $1\mu\text{m}^2$.	62
Figura 35 - Imagem da membrana Gore-Tex® sendo analisada por meio do processamento digital de imagem, com auxílio do programa KS 400. Observar, neste campo, o predomínio de poros de 0,01 até $2\mu\text{m}^2$.	63
Figura 36 - Imagem da membrana Gore-Tex® sendo analisada por meio do processamento digital de imagem, com auxílio do programa KS 400. Observar, neste campo, o predomínio de poros de 0,01 até $6\mu\text{m}^2$.	64
Figura 37 - Imagem de MEV da membrana Bionnovation, selecionada para o processamento digital de imagem.	65
Figura 38 - Imagem da membrana Bionnovation sendo analisada por meio do processamento digital de imagem, com auxílio do programa KS 400. Observar, neste campo, o predomínio de poros de 0,01 até $1,5\mu\text{m}^2$.	66
Figura 39 - Imagem da membrana Bionnovation sendo analisada por meio do processamento digital de imagem, com auxílio do programa KS 400. Observar, neste campo, o predomínio de poros de 0,01 até $2,5\mu\text{m}^2$.	67
Figura 40 - Imagem da membrana Bionnovation sendo analisada por meio do processamento digital de imagem, com auxílio do programa KS 400. Observar, neste campo, o predomínio de poros de 0,01 até $1,5\mu\text{m}^2$.	68
Figura 41 - Imagem de MEV da membrana B, selecionada para o processamento digital de imagem.	69
Figura 42 - Imagem da membrana B sendo analisada por meio do processamento digital de imagem, com auxílio do programa KS 400. Observar, neste campo, o predomínio de poros de 0,01 até $1\mu\text{m}^2$.	69
Figura 43 - Imagem da membrana B sendo analisada por meio do	70

processamento digital de imagem, com auxílio do programa KS 400. Observar, neste campo, o predomínio de poros de 0,01 até $2\mu\text{m}^2$.

Figura 44 - Imagem da membrana B sendo analisada por meio do processamento digital de imagem, com auxílio do programa KS 400. Observar, neste campo, o predomínio de poros de 0,01 até $4\mu\text{m}^2$.

71

Lista de tabelas

Tabela 1 - Propriedades do polímero na produção industrial.	25
Tabela 2 - Características físicas típicas do polímero PTFE 601 A da DuPont TM .	44
Tabela 3 - Características físicas da fita comercializada pela empresa Gaxetas LGT-FLEX.	45
Tabela 4 - Análise estatística do gráfico 2 membrana Gore-Tex [®] , faixa de análise até 1,0 μm^2 .	63
Tabela 5 - Análise estatística do gráfico 3 membrana Gore-Tex [®] , faixa de análise 0,01 até 2 μm^2 .	64
Tabela 6 - Análise estatística do gráfico 4 membrana Gore-Tex [®] , faixa de análise 0,01 até 2 μm^2 .	65
Tabela 7 - Análise estatística do gráfico 5 membrana Bionnovation, faixa de análise até 1,5 μm^2 .	66
Tabela 8 - Análise estatística do gráfico 6 membrana Bionnovation, faixa de análise 0,01 até 2 μm^2 .	67
Tabela 9 - Análise estatística do gráfico 7 membrana Bionnovation, faixa de análise 0,01 até 2 μm^2 .	68
Tabela 10 - Análise estatística do gráfico 8 membrana B, faixa de análise 0,01 até 1,0 μm^2 .	70
Tabela 11 - Análise estatística do gráfico 9 membrana B, faixa de análise 0,01 até 2,0 μm^2 .	71
Tabela 12 - Análise estatística do gráfico 10 membrana B, faixa de análise 0,01 até 2,5 μm^2 .	72
Tabela 13 - Verificação das análises estatísticas das membranas com a presença da maioria dos poros até 1 μm^2 .	77
Tabela 14 - Verificação das análises estatísticas das membranas	77

com a presença da maioria dos poros entre 1 e $2\mu\text{m}^2$.

Tabela 15 - Verificação das análises estatísticas das membranas
com a presença de poros acima de $2\mu\text{m}^2$. 77

Lista de gráficos

Gráfico 1 - Análise da membrana Gore-Tex® no (DSC).	56
Gráfico 2 - Quantidade de poros até $1\mu\text{m}^2$ em relação a área das amostras das membranas Gore-Tex®.	72
Gráfico 3 - Quantidade de poros entre 0,01 até $2\mu\text{m}^2$ em relação a área das amostras das membranas Gore-Tex®.	73
Gráfico 4 - Quantidade de poros de 0,01 até $6\mu\text{m}^2$ em relação a área das amostras das membranas Gore-Tex®.	73
Gráfico 5 - Quantidade de poros 0,01 até $1,5\mu\text{m}^2$ em relação a área das amostras das membranas Bionnovation.	74
Gráfico 6 - Quantidade de poros 0,01 até $2,5\mu\text{m}^2$ em relação a área das amostras das membranas Bionnovation.	74
Gráfico 7 - Quantidade de poros 0,01 até $2\mu\text{m}^2$ em relação a área das amostras das membranas Bionnovation.	75
Gráfico 8 - Quantidade de poros 0,01 até $1\mu\text{m}^2$ em relação a área das amostras das membranas B.	75
Gráfico 9 - Quantidade de poros 0,01 até $2\mu\text{m}^2$ em relação a área das amostras das membranas B.	76
Gráfico 10 - Quantidade de poros 0,01 até $4\mu\text{m}^2$ em relação a área das amostras das membranas B.	76

Você tem que acreditar, dar o melhor que puder e deixar fluir. Nós nascemos para a vitória, não para o fracasso, atingindo esse ponto, não há mais como se preocupar, porque a vida conspira sempre a nosso favor. Jamais duvide disso!

Nuno Cobra, *A semente da vitória*