

4

Materiais e Métodos

4.1

Materiais utilizados

Foram utilizadas para esta pesquisa as seguintes membranas de PTFE: Gore-Tex[®], Bionnovation e dois tipos diferentes de membranas produzidas durante a pesquisa, que foram chamadas de Membrana A e Membrana B. A membrana considerada como padrão foi a Gore-tex[®].

4.2

Preparação do PTFE

Um dos protótipos de barreira de PTFE, chamado de membrana A, foi submetido à extrusão em solução. O polímero selecionado foi o PTFE 601A produzido pela empresa DuPontTM, que apresenta as características físicas médias da Tabela 2. Além disso, é uma substância relativamente inerte aos agentes químicos e solventes mais comuns. Este polímero, composto por partículas brancas foi associado a um lubrificante (óleo mineral Bravir medicinal) para sua extrusão.

Tabela 2 – Características físicas típicas do polímero PTFE 601 A da Dupont (Empresa DuPontTM - catálogo informativo)

Propriedades	Método ASTM	Unidade	Valor típico
Diâmetro da partícula	D4895	µm	570
Densidade Específica	D618	_____	2,15
Pressão sugerida pela empresa DuPont TM para extrusão	D4895	MPa(psi)	11,4(1,660) bar
Ponto de fusão	D1458	°C (°F)	327(621)

O pó do polímero foi misturado com uma solução de óleo mineral, marca Bravir medicinal, na proporção de 1 g de óleo para cada 4 g de pó (Figura 14). Após a pesagem da massa em uma balança de precisão (modelo AND HM-202), o

material era colocado em um misturador (Mixer/Mill Spex 8000) (Figura 15) por 3 minutos para homogeneização e, então, o material foi levado à extrusora, desenhada para formar uma seção reta retangular de 40 mm por 0,75 mm, com uma relação de área final para inicial de 1: 26 (Figura 16). A extrusão foi realizada com o auxílio de uma prensa Schulz de até 15 toneladas, para a extrusão se utilizou uma pressão constante de 11 toneladas. A fita gerada na extrusão (Figura 17) foi pesada, com a balança de precisão citada anteriormente, e, em seguida, armazenada em estufa (Estufa AD modelo 311 CG) a uma temperatura entre 50°C a 150°C durante seis dias, para evaporação do óleo, comprovada pela variação do peso. Este procedimento permitiu a fabricação de uma fita mestra que foi empregada em todos os experimentos posteriores.

O segundo protótipo de barreira de PTFE, chamado de membrana B, foi obtido através da compra da fita na empresa Gaxetas LGT-FLEX SERVIFLEX® PTFE expandido, esta apresentava as seguintes dimensões: 25 mm de largura, 5 mm de espessura e 5 m de comprimento. Suas características, segundo o fabricante, estão na tabela 3.

Tabela 3 – Características físicas da fita comercializada pela empresa Gaxetas LGT-FLEX.

Temperatura Máxima	Temperatura Mínima	Serviço Contínuo	PH	Pressão	Resistência a Tração
+ 310°C	- 240°C	280°C	0 a 14	200 bar	300 kg/cm ²



Figura 14 – Polímero 601A comercializado pela DuPont™ misturado ao óleo.



Figura 15 – Misturador automático.



Figura 16 – Extrusão da fita.



Figura 17 – Fita pós-extrusão.

4.3

Tracionamento e laminação

Para este trabalho foram desenvolvidas no laboratório da PUC-Rio, uma máquina e uma adaptação em um laminador: na primeira, produzida para realização do tracionamento da fita, acima da base da máquina foi instalado um parafuso de rosca sem fim conectado a um motor. Um carro sobre um trilho foi fixado ao parafuso com rosca sem fim. O carro se movimenta através do acionamento da chave automática, proporcionando o seu deslocamento com velocidade controlada. A fita é presa ao carro através de pinças. (Figura 18a e 18b). Já na segunda máquina foi uma adaptação em um laminador. O laminador normalmente tem dois rolos, mas a estes foi conectada uma resistência, para permitir que a laminação fosse realizada com temperaturas próximas a 300°C (Figura 19a e 19b).

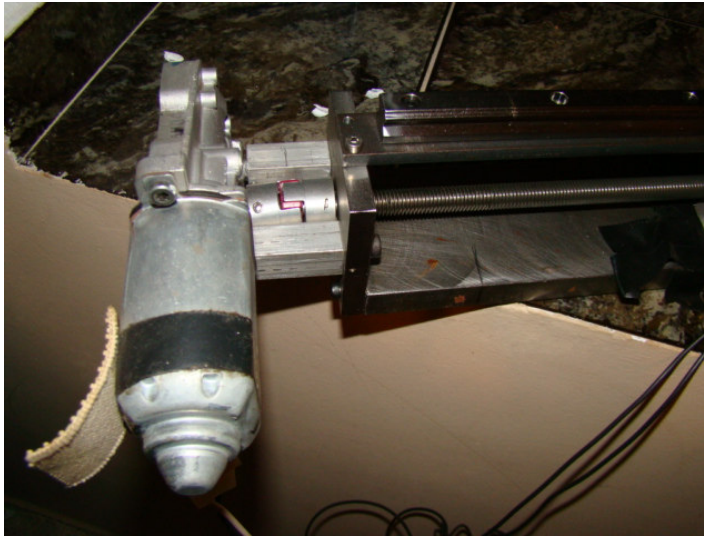


Figura 18a – Motor conectado ao parafuso de rosca sem fim.



Figura 18b – Imagem, vista de cima, de toda a máquina.



Figura 19a – Instalação das resistências dentro dos rolos do laminador.

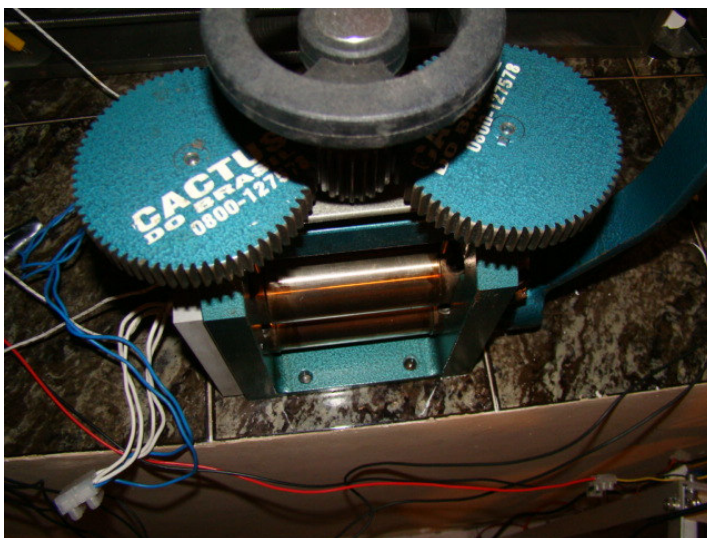


Figura 19b – Imagem do laminador observando os fios da resistência.

A preparação do PTFE ainda não fornece uma membrana com características adequadas para o uso odontológico proposto, por isso, as fitas foram submetidas a uma seqüência de tracionamento e laminação. Após alguns experimentos preliminares com uma máquina produzida no laboratório de tração, foi desenvolvido um conjunto de tração constituído por duas pinças para prender a fita com contato ao longo de toda a seção da fita. Um sistema de aquecimento, com temperaturas controladas entre 50°C e 250°C, foi associado ao sistema de tracionamento. Este conjunto está mostrado na Figura 20.

O tracionamento das membranas era inicialmente realizado na direção das fibras (longitudinal), empregando um segmento de fita medindo 38 mm de comprimento. Esta fita era mantida aquecida a 170°C e tracionada com uma taxa de deslocamento de 4,93 mm/s (Figura 21).

Após o tracionamento longitudinal a fita chegou a um comprimento de 354 mm e largura de 21 mm, e foram descartados 88 mm próximos a cada pinça e o restante com comprimento de 178 mm foi dividido em duas partes. Cada uma foi reposicionada no conjunto mostrado na Figura 22 e tracionada no sentido transversal das fibras, com o mesma taxa de deslocamento citado anteriormente, iniciando com 21 mm de comprimento e chegando a 118 mm. Nesta fita foram descartados 20 mm próximos a cada pinça e a fita dividida em três pedaços. Finalmente, um terceiro tracionamento foi realizado, novamente, no sentido

longitudinal em cada pedaço de fita, iniciando com 21 mm de comprimento, mesma taxa de deslocamento e terminando com 47 mm de comprimento.

A fita final foi montada pela laminação a quente de fitas superpostas, mantendo a temperatura das fitas 220°C. (Figura 23).

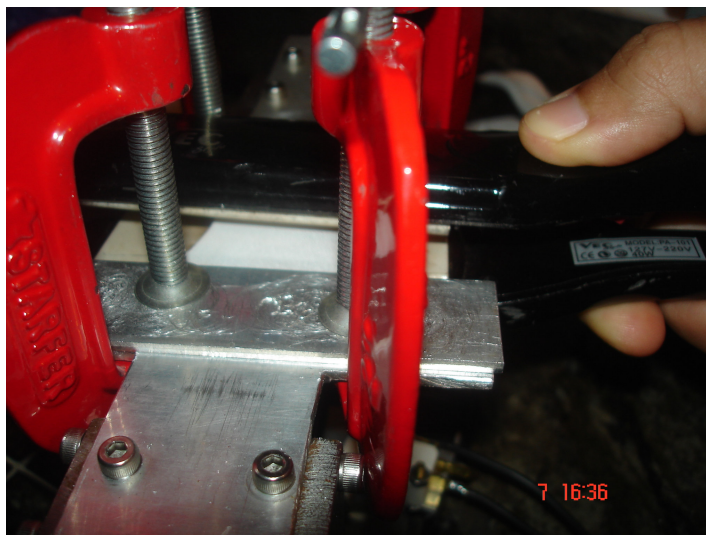


Figura 20 – Tracionamento da fita com aquecimento.



Figura 21 – Primeiro tracionamento no sentido paralelo as fibras.

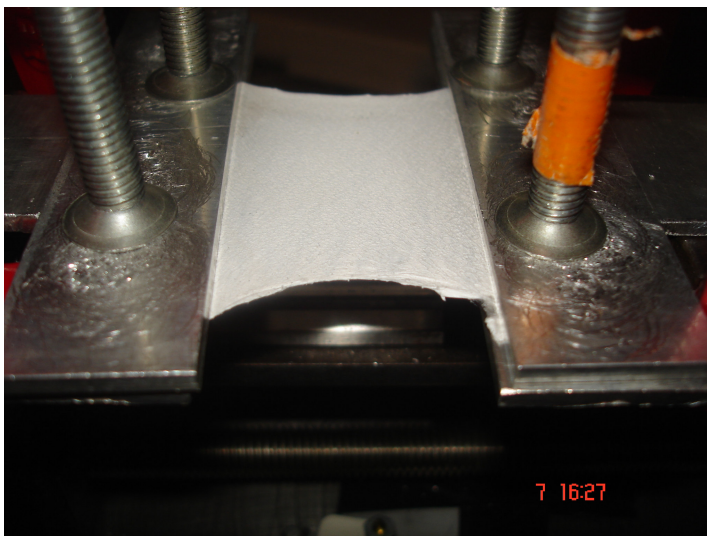


Figura 22 – Segundo tracionamento da fita, no sentido perpendicular às fibras.

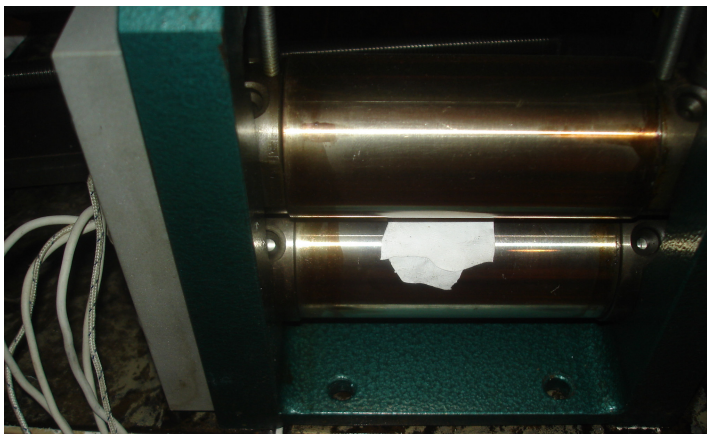


Figura 23 – Laminação da membrana reduzindo a espessura.

4.4

Caracterizações Físicas

Amostras do polímero empregado para a fabricação da membrana B, como recebido e após a fabricação da membrana, amostras da membrana Bionnovation e Gore-Tex[®] foram analisadas por calorimetria diferencial de varredura (DSC) no aparelho DSC-50, da SHIMADZU.

O calorímetro diferencial de varredura permite identificar a temperatura de transição vítrea, a temperatura de fusão do polímero e qualquer outra transição que decorra da presença de substâncias contaminantes. Foi empregada uma taxa de aquecimento de 10°C por minuto entre 10 e 350 C°.

4.5

Microestrutura e porosidade

A micromorfologia da superfície da membrana e sua secção transversal foram avaliadas em microscopia eletrônica de varredura (MEV) empregando dois microscópios: o JEOL JSM-6510LV e o DSM 960 ZEISS.

A porosidade superficial foi analisada por MEV. Foram separados cinco segmentos de cinco diferentes membranas dos fabricantes Bionovation e Gore-Tex® e da membrana B. Ao todo foram obtidas vinte e cinco imagens aleatórias de cada tipo de membrana, com um aumento de 4.000 vezes para avaliação dos tamanhos médios dos poros da membrana. A área interna dos poros foi caracterizada com a ajuda do programa de processamento de imagem KS 400.

As vinte e cinco imagens, representando os campos aleatoriamente selecionados de cada um dos três grupos de membrana, foram analisadas interativamente três vezes com diferentes valores de translucidez do histograma para possibilitar a análise de poros com diferentes diâmetros. Desta maneira, pretende-se avaliar a contribuição de poros de diferentes diâmetros e em diferentes profundidades.