



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**



**CARACTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES DAS RESINAS ACRÍLICAS DE USO
ODONTOLÓGICO - UM ENFOQUE VOLTADO PARA A BIOSSEGURANÇA**

CARMEN BEATRIZ BORGES FORTES

DOUTORADO

PORTO ALEGRE

2007

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

CARACTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES DAS RESINAS ACRÍLICAS DE USO
ODONTOLÓGICO - UM ENFOQUE VOLTADO PARA A BIOSSEGURANÇA

CARMEN BEATRIZ BORGES FORTES

DOUTORADO

ORIENTADOR: PROF. DR. VALTER STEFANI
CO-ORIENTADOR: PROF. DR. CESAR L. PETZHOLD

PORTO ALEGRE

2007

O Senhor é o meu pastor e nada me faltará.

Deita-me em verdes pastos e

Guia-me mansamente em águas tranqüilas.

Refrigera a minha alma,

guia-me mansamente pelas veredas da justiça,

por amor do seu nome.

Ainda que eu ande pelo vale da sombra da morte,

Não temerei mal algum,

porque Tu estás comigo,

a Tua vara e o Teu cajado me consolam.

Prepara-me uma mesa perante os meus inimigos,

unges a minha cabeça com óleo,

o meu cálice transborda.

Certamente que a bondade e a misericórdia

me seguirão todos os dias da minha vida

e habitarei na casa do SENHOR por longos dias.

Salmo 23

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal do Rio Grande do Sul pela oportunidade de realizar este trabalho.

Aos professores Dr. Valter Stefani e Dr. Cesar Liberto Petzhold que me acolheram e orientaram a realização deste trabalho.

À profa. Dra. Maria Lúcia Scrofernecker e ao bolsista Francis C. Reisdorfer pela realização das análises microbiológicas.

À equipe do Laboratório de Novos Materiais Orgânicos, especialmente à Dra. Leandra Campo.

À equipe do Laboratório de Materiais Dentários, especialmente à Profa. Dra. Susana Maria Werner Samuel, ao Cirurgião-dentista Rodrigo Calveyra e ao mestrando Fabrício Mezzomo Collares, bem como aos bolsistas Vanessa Paniz, Caroline Ely, Eduardo Schwartz, Gustavo Hoppen e Daniel C. Haddad.

Agradecimento especial ao doutorando Fabrício Aulo Ogliari que realizou os ensaios de Resistência e Módulo de flexão na Universidade Federal de Pelotas.

À equipe do Laboratório de Cerâmicas (Escola de Engenharia - UFRGS), especialmente ao Prof. Dr. Carlos Perez Bergmann que permitiu a utilização de equipamentos do seu laboratório e aos doutores Hugo Leonardo Rocha Alves e André Zimmer e ao mestrando Felipe Nobre pela valiosa colaboração nas várias etapas deste trabalho.

À equipe do Laboratório de Bioquímica e Microbiologia Bucal (Odontologia – UFRGS) pela utilização da balança analítica de precisão SARTORIUS.

À equipe do Laboratório de Síntese Orgânica e de Polímeros (Instituto de Química – UFRGS) pela formulação do ácido peracético.

Ao Prof. Ronilson Barbosa que me orientou na realização do ensaio de resistência ao Impacto Izod.

À Profa. Dra. Marly Antônia Maldaner Jacobi e à doutoranda Cristiane Krause Santin pela colaboração durante a realização do ensaio de inchamento.

À Profa. Dra. Maria Beatriz Cardoso Ferreira pela consultoria técnica na organização das análises realizadas.

À Profa. Dra. Raquel Santos Mauler, doutoranda Laura Berasain Gonella e mestrandas Patrícia Alves da Silva do Laboratório K 212, pelas palavras de apoio e estímulo durante o desenvolvimento do doutorado.

À Profa. Dra. Naira Maria Balzaretto pelo apoio nos momentos mais difíceis deste trabalho e pela realização da microespectroscopia Raman.

Ao Prof. Paulo Roberto Wildner Brenner pela realização das análises de DSC.

Ao acadêmico de Engenharia Química - UFRGS, Everson L. de Aguiar que me auxiliou na realização dos ensaios de resistência ao impacto Izod e determinação da massa específica.

À Márcia Prass e ao Alexandre Prass que realizaram o lixamento dos corpos de prova.

Às bibliotecárias da Faculdade de Odontologia, Sras. Eloísa Futuro Pfitscher, Norma Beatriz Loureiro Ataíde, Rejane Raffo Klaes e a funcionária Nilza Pereira Brito pela colaboração na organização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. João Felipe Mota Pacheco pelo empréstimo do rugosímetro.

Ao Prof. Dr. Anderson Gomes e doutorando Bernardo Kyotoku do Laboratório de Fotônica do Instituto de Física da Universidade Federal de Pernambuco pela colaboração durante a realização deste trabalho.

À minha querida amiga Laura Reginah Alves pelo conforto espiritual que me proporcionou durante esta caminhada.

Aos meus familiares, pelo apoio, amor e carinho que sempre me dedicaram.

À todas as pessoas que de alguma maneira contribuíram para a realização deste trabalho.

PRODUÇÃO DURANTE O DOUTORADO

ARTIGOS PUBLICADOS

01. Artigo publicado: Dental Materials em 2007 In Press (disponível online em 24 de maio de 2007): Influence of chain extender length of aromatic dimethacrylates on polymer network development.
02. Artigo publicado: Effectiveness of Second-Generation Light-Emitting Diode (LED) Light Curing Units. In: The Journal of Contemporary Dental Practice, v. 8, n. 2, p. 1, Feb. 2007.
03. Artigo publicado: Influência de um ciclo de aquecimento por microondas na microdureza e temperatura de transição vítrea de resinas acrílicas. In: Revista da Faculdade de Odontologia de Passo Fundo, v. 11, n. 1, p. 73-77, jan./jun. 2006.

TRABALHOS APRESENTADOS EM EVENTOS

01. Caracterização química, física e mecânica de resinas acrílicas polimerizadas em forno de microondas. In: Brazilian Oral Research. São Paulo vol. 20, Supplement (Sept. 2006), p. 113
02. Influência da presença de fibras de nylon e de corantes sobre as propriedades da resina acrílica ativada por microondas. In: Brazilian Oral Research. São Paulo vol. 20, Supplement (Sept. 2006), p. 103
03. Influência dos extensores de cadeia em metacrilatos bifuncionais na formação de redes poliméricas reticuladas. In: Brazilian Oral Research. São Paulo vol. 20, Supplement (Sept. 2006), p. 135
- 04.** Caracterização química, física e mecânica de resinas acrílicas polimerizadas em forno de microondas. In: Salão de Iniciação Científica (18.: 2006: Porto Alegre) Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2006. p. 509. **Destaque do Salão de Iniciação Científica.**

05. Influência da presença de fibras de nylon e de corantes sobre as propriedades da resina acrílica ativada por microondas. In: Salão de Iniciação Científica (18.: 2006: Porto Alegre) Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2006. p. 509
06. Influência dos extensores de cadeia em metacrilatos bifuncionais na formação de redes poliméricas reticuladas. In: Salão de Iniciação Científica (18.: 2006: Porto alegre) Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2006. p. 509.
07. Temperatura de transição vítrea, microdureza e resistência ao impacto Izod de um polímero armazenado em diferentes meios. In: Salão de Iniciação Científica (17.: 2005: Porto alegre) Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2005. p 644.
08. Avaliação da influência do corante e das fibras de nylon nas propriedades de uma resina acrílica de uso odontológico. In: Salão de Iniciação Científica (17.: 2005: Porto alegre) Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2005. p 570-571.
09. A temperatura de transição vítrea e a microdureza são diferentes nas duas superfícies de uma resina acrílica polimerizada no microondas? In: Salão de Iniciação Científica (17.: 2005: Porto Alegre) Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2005. p 570-571.
10. Influência do método de proporcionamento pó/líquido nas propriedades de uma resina acrílica de uso odontológico. In: Salão de Iniciação Científica (17.: 2005: Porto Alegre) Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2005. p 572.
11. Forno de microondas: um aparelho que já faz parte dos equipamentos usados em odontologia. In: Salão de Iniciação Científica (17.: 2005: Porto Alegre) Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2005. p 643-644.
12. Efeito do tempo de espera até a demuflagem sobre as propriedades de um polímero odontológico. In: Salão de Iniciação Científica (17.: 2005: Porto Alegre) Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2005. p 571.

13. Avaliação da influência da espessura nas propriedades de uma resina acrílica de uso odontológico. In: Salão de Iniciação Científica (17.: 2005: Porto Alegre) Livro de resumos. Porto Alegre : UFRGS, 2005. p 572-573.
14. Influência do ciclo de polimerização na sorção, solubilidade, temperatura de transição vítrea e microdureza de resinas acrílicas para microondas. In: Salão de Iniciação Científica (17.: 2005: Porto alegre) Livro de resumos. Porto Alegre : UFRGS, 2005. p 571. **Destaque do Salão de Iniciação Científica.**
15. Resistência da união à microtração utilizando um sistema adesivo a base de Ormocer. In : Revista da Faculdade de Odontologia de Porto Alegre. Porto Alegre vol.46, n. 2 (dez. 2005) p. 77.
16. Eficácia de um protótipo de aparelho fotopolimerizador de baixo custo, utilizando um diodo emissor de luz (LED). In: Brazilian Oral Research. São Paulo vol. 19, Supplement (Sept. 2005) p. 40. Destaque da Feira de Iniciação Científica da UFRGS em 2005.
17. Resistência de união à microtração da interface dentina/resina de adesivos nacionais. In Revista da Faculdade de Odontologia de Porto Alegre. Porto Alegre vol. 46 , n. 2 (dez. 2005) p. 77.
18. Influência do ciclo de polimerização na transição vítrea e na microdureza de resinas acrílicas para microondas. In: Brazilian Oral Research. São Paulo vol. 19, Supplement (Sept. 2005), p.56.
19. Influência do eugenol na resistência de união à microtração e análise MEV de um sistema adesivo autocondicionante. In : Brazilian Oral Research. São Paulo vol. 19, Supplement (Sept. 2005), p. 81.
20. Uma nova ferramenta de ensino e atualização em Materiais Dentários. In: Brazilian Oral Research. São Paulo vol. 19, Supplement (Sept. 2005), p. 24.

21. Avaliação das propriedades de uma resina acrílica de uso odontológico submetida a técnicas de desinfecção. In: Congresso Brasileiro de Polímeros (8.: 2005: Águas de Lindóia, SP) Anais [recurso eletrônico] , São Carlos: ABPol, 2005, p. 483-484.
22. Influência do número de aplicações de adesivo autocondicionante simplificado à dentina. In: Revista da Faculdade de Odontologia de Porto Alegre. Porto Alegre vol. 46, n. 2 (dez. 2005), p. 68.
23. Avaliação da capacidade de alisamento radicular de dois métodos de instrumentação. In: Salão de Iniciação Científica (16.:2004: Porto alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2004, p. 575.
24. Influência de um ciclo adicional de microondas sobre as propriedades da resina acrílica. In: Brazilian Oral Research. São Paulo vol. 18, Supplement (Sept. 2004), p. 176.
25. Resistência da união à microtração em dentina de um adesivo a base deOrmocer. In: Brazilian Oral Research. São Paulo vol. 18, Supplement (Sept. 2004), p. 82.
26. Desinfecção de resinas acrílicas no forno de microondas. In: Salão de Iniciação Científica (16.: 2004: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2004. p. 574.
27. Influência do eugenol na resistência de união à microtração e análise em MEV de um sistema adesivo autocondicionante. In: Salão de Iniciação Científica (16.: 2004: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2004. p. 625.
28. Análise longitudinal de propriedades de dois tipos de resinas acrílicas. In: Salão de Iniciação Científica (16.:2004: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre :UFRGS, 2004. p. 625-626.

29. Resistência a microtração da interface dentina/resina de adesivos nacionais. In: Salão de Iniciação Científica (16.: 2004: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2004. p. 624.
30. Resistência da união à microtração utilizando um sistema adesivo a base de Ormocer. In: Salão de Iniciação Científica (16.: 2004: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2004. p. 625.
31. Resistência de união à microtração de adesivos all in one. In: Salão de Iniciação Científica (16.: 2004: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2004. p. 624.
32. A importância da desinfecção de impressões odontológicas. In: Salão de Iniciação Científica (16.: 2004: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2004. p. 575.
33. Desinfecção de resinas acrílicas no forno de microondas. In: Salão de Iniciação Científica (16.: 2004: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2004. p. 574.
34. Influência de um ciclo adicional de microondas sobre as propriedades da resina acrílica. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (16.: 2004: Porto Alegre, RS) Anais do XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, p. 74.
35. Otimização do tempo de secagem de gesso tipo III de uso odontológico. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (16.: 2004: Porto Alegre, RS) Anais do XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, p. 15.
36. Análise comparativa de diferentes processos de secagem do gesso odontológico. In: Salão de Iniciação Científica (16.: 2004: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2004. p. 250 resumo 083.

37. Influência de agentes desinfetantes na rugosidade do gesso odontológico tipo IV. In: Salão de Iniciação Científica (15.: 2003: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2003. p. 608.
38. Análise da dureza Knoop de oito marcas comerciais de dentes artificiais. In: Salão de Iniciação Científica (15.: 2003: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre
- 39. Análise da dureza Knoop de oito marcas comerciais de dentes artificiais. In: Salão de Iniciação Científica (15.: 2003: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre UFRGS, 2003. p. 607-608. Destaque do Salão de Iniciação Científica e 3º lugar no 3º Forum Científico, 35º SEMAC Faculdade de Odontologia/UFRGS.**
40. Influência da desinfecção com ácido peracético nas propriedades da godiva plastificada no forno de microondas. In: Revista da Faculdade de Odontologia de Porto Alegre. Porto Alegre vol. 44, Suplemento (dez. 2003), p. 11.
41. Análise da dureza Knoop de oito marcas comerciais de dentes de resina sintética. In: Revista da Faculdade de Odontologia de Porto Alegre. Porto Alegre vol. 44, Suplemento (dez. 2003), p. 10.
42. Influência da desinfecção com ácido peracético nas propriedades da godiva plastificada no forno de microondas. In: Pesquisa Odontológica Brasileira. São Paulo vol. 17, Suplemento 2 (ago. 2003), p. 69.
43. Influência da desinfecção com ácido peracético nas propriedades da godiva plastificada no forno de microondas. In: Salão de Iniciação Científica (15.: 2003: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2003. p. 608.
44. Avaliação da rugosidade superficial da resina acrílica polimerizada em microondas submetida à desinfecção com ácido peracético. In: Salão de Iniciação Científica (15.: 2003: Porto Alegre). Livro de resumos. Porto Alegre: UFRGS, 2003. p. 607.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	xiv
LISTA DE TABELAS	xvi
LISTA DE QUADROS	xvii
RESUMO	xviii
ABSTRACT	xx
1 ANTECEDENTES	22
2 JUSTIFICATIVA	24
2.1 REQUISITOS BÁSICOS DAS RESINAS ACRÍLICAS	24
2.2 TIPOS DE RESINAS ACRÍLICAS E COMPOSIÇÃO	24
2.3 POLIMERIZAÇÃO	25
2.3.1 Processo de polimerização	25
2.3.2 Polimerização com energia térmica – resina acrílica tipo 1	26
2.3.3 Polimerização com agente químico – resina acrílica tipo 2	27
2.3.4 Polimerização com microondas – resina acrílica tipo 5	27
2.4 PROPRIEDADES	28
2.5 <i>CANDIDA ALBICANS</i> COMO SAPRÓFITA DA CAVIDADE BUCAL E O DESENVOLVIMENTO DE CANDIDÍASE	30
2.6 BIOSSEGURANÇA	32
2.6.1 Desinfecção com agentes químicos	33
2.6.2 Desinfecção com microondas	37
3 OJETIVO GERAL	40
3.1 OJETIVOS ESPECÍFICOS	40
4 MATERIAIS E MÉTODOS	41
4.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS	41
4.2 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	43
4.3 DESINFECÇÃO COM IRRADIAÇÃO DE MICROONDAS	49
4.4 DESINFECÇÃO COM ÁCIDO PERACÉTICO	50
4.5 ANÁLISE MICROBIOLÓGICA	50
4.6 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO E MÓDULO DE FLEXÃO	51
4.7 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA MICRODUREZA KNOOP	52
4.8 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO MONÔMERO/ POLÍMERO	53

4.9 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA (Tg)	54
4.10 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO IMPACTO IZOD .	54
4.11 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA SORÇÃO	56
4.12 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA SOLUBILIDADE	58
4.13 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA	59
4.14 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DO GRAU DE INCHAMENTO	60
4.15 DETERMINAÇÃO DO TAMANHO DA PARTÍCULA DO PÓ	61
4.16 ANÁLISE DA RUGOSIDADE COM MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA .	61
4.17 ANÁLISE DA RUGOSIDADE COM RUGOSÍMETRO DIGITAL	62
4.18 ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA (DMA)	63
5 EXPERIMENTOS	64
5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS RESINAS ACRÍLICAS DE USO ODONTOLÓGICO ..	64
5.1.1 Introdução	64
5.1.2 Objetivo	64
5.1.3 Considerações gerais	65
5.1.4 Materiais e métodos	65
5.1.5 Resultados e discussão	65
5.1.6 Conclusões	77
5.2 INFLUÊNCIA DO CICLO DE POLIMERIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES DAS RESINAS ACRÍLICAS POLIMERIZADAS COM ENERGIA DE MICROONDAS ...	78
5.2.1 Introdução	78
5.2.2 Objetivo	79
5.2.3 Considerações sobre as resinas VIPI WAVE® e Onda Ceryl®	80
5.2.4 Resultados e discussão	81
5.2.5 Conclusões	86
5.3 INFLUÊNCIA DO CORANTE E DAS FIBRAS DE <i>NYLON</i> NAS PROPRIEDADES DA RESINA ACRÍLICA VIPI WAVE®	87
5.3.1 Objetivo	87
5.3.2 Considerações gerais	87
5.3.3 Resultados e conclusão	88
5.4 ANÁLISE MICROBIOLÓGICA	90
5.4.1 Objetivo	90
5.4.2 Confeção dos corpos de prova	90
5.4.3 Análise microbiológica	90
5.4.4 Resultados da Análise microbiológica	91
5.4.5 Discussão	93
5.4.6 Conclusões	93
5.5 INFLUÊNCIA DE DUAS TÉCNICAS DE DESINFECÇÃO NAS PROPRIEDADES DE UMA RESINA ACRÍLICA PRÓPRIA PARA	

POLIMERIZAÇÃO EM FORNO DE MICROONDAS	94
5.5.1 Objetivo	94
5.5.2 Materiais e métodos	95
5.5.3 Resultados e discussão	95
5.5.4 Conclusões	99
5.6 INFLUÊNCIA DAS TÉCNICAS DE DESINFECÇÃO SOBRE AS PROPRIEDADES DE UMA RESINA ACRÍLICA APÓS O ENVELHECIMENTO DOS CORPOS DE PROVA	99
5.6.1 Objetivo	99
5.6.2 Materiais e métodos	100
5.6.3 Ensaios realizados	102
5.6.4 Resultados e discussão	102
5.6.5 Conclusões	111
6 CONSIDERAÇÕES GERAIS	112
7 PERSPECTIVAS DE FUTUROS TRABALHOS	113
REFERÊNCIAS	114

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Fórmula estrutural da molécula de metacrilato de metila	25
Figura 2	Representação esquemática do processo de polimerização	26
Figura 3	Espectro eletromagnético	27
Figura 4	Apresentação comercial de uma resina acrílica tipo 5 (líquido e pó)	44
Figura 5	Pesagem do pó e do líquido	45
Figura 6	Pó da resina (a) derramado sobre o líquido Fibras de nylon (b) misturadas no pó (c)	45
Figura 7	Mistura do pó com o líquido	46
Figura 8	Fase plástica da mistura pó/líquido	46
Figura 9	Prensagem da mufla contendo no seu interior a resina acrílica	46
Figura 10	Mufla no forno de microondas para polimerização	47
Figura 11	Matriz de aço em forma de disco (a) Mufla de fibrocerâmica (b)	47
Figura 12	Matriz de silicone em forma de disco (a) corpo de prova de resina (b)	47
Figura 13	Matriz de aço (a) incluída na matriz de silicone (b)	48
Figura 14	Corpo de prova retangular (a) obtido a partir da matriz de silicone (b)	48
Figura 15	Formato dos corpos de prova usados nos ensaios realizados neste trabalho	49
Figura 16	Irradiação no forno de microondas	50
Figura 17	Esquema representativo do ensaio de resistência à flexão	52
Figura 18	a - Micromet b – esquema representativo da ponta de diamante que faz a penetração no cp c – esquema representativo da marca que é observada no cp	53
Figura 19	Máquina EMIC – A 1 C para Rresistência ao Impacto Izod. a - ponteiro de arrasto b - pêndulo c - martelo com 2,7 J	56
Figura 20	a - Posição do cp na base da máquina EMIC – A1 C. b - Pêndulo com o martelo de 2,7 J no momento da queda	56
Figura 21	Corpos de prova do ensaio de sorção e solubilidade no dessecador	58
Figura 22	Balança usada no ensaio de determinação da massa específica a - Posição do cp suspenso no ar b - Posição do cp dentro do recipiente que é imerso no líquido c – Béquer com o líquido dentro do qual o cp é imerso	60
Figura 23	Sensor do rugosímetro (a) percorrendo a superfície do corpo de prova (b)	62
Figura 24	Microespectroscopia Raman típica do líquido das resinas acrílicas tipo 1, 2 e 5	68
Figura 25	Microespectroscopia Raman típica das resinas acrílicas tipo1 e 5, após a polimerização	68
Figura 26	Microespectroscopia Raman típica das resinas acrílicas tipo 2, após a polimerização	69
Figura 27	Grau de conversão em % dos três tipos de resinas acrílicas das duas marcas comerciais	70
Figura 28	DSC obtido no 1º e 2º aquecimento com Tg de 86,2°C e 89,7°C respectivamente	73
Figura 29	DSC obtido no 1º e 2º com Tg de 101,2°C e 104,1°C respectivamente	74

Figura 30	DSC obtido no 1º e 2º aquecimento com Tg de 101,8°C e 103,6°C respectivamente	74
Figura 31	DMA de um corpo de prova de resina tipo 1 com Tg de 121,2°C	75
Figura 32	DMA de um corpo de prova de resina tipo 5 com Tg de 121,2°C	75
Figura 33	DMA de um corpo de prova de resina tipo 2 com Tg de 102,8°C	76
Figura 34	Grau de conversão monômero/polímero em % para os diferentes ciclos de polimerização	81
Figura 35	DSC de um cp polimerizado no ciclo do fabricante com Tg de 102,6°C	84
Figura 36	DSC de um cp polimerizado no ciclo curto com Tg de 89,2°C	84
Figura 37	DMA de um cp polimerizado no ciclo do fabricante com Tg de 122,5°C ...	85
Figura 38	DMA de um cp polimerizado no ciclo curto com Tg de 100,2°C	85
Figura 39	Resina rosa com fibras (a), resina Incolor (b) e resina rosa sem fibras (c) ..	88
Figura 40	Grau de conversão monômero/polímero em % dos três grupos avaliados ..	88
Figura 41	Aspecto do corpo de prova a -antes e b -depois da contaminação	92
Figura 42	Aspecto do meio de cultura a - não contaminado e b -contaminado	92
Figura 43	Microespectroscopia Raman do grupo controle e MW	95
Figura 44	Microespectroscopia Raman do grupo AP e controle	96
Figura 45	Grau de conversão em % obtido nos três grupos analisados	97
Figura 46	Corpos de prova imersos em água deionizada e armazenados em estufa	101
Figura 47	a - aspecto da superfície da amostra do grupo controle; b - aspecto da superfície da amostra do grupo AP1; c - aspecto da superfície da amostra do grupo MO1	103
Figura 48	a - topografia da superfície da amostra do grupo controle; b - topografia da superfície da amostra do grupo AP1; c - topografia da superfície da amostra do grupo MO1	104
Figura 49	DMA da amostra do grupo controle	105
Figura 50	DMA da amostra do grupo MO1	106
Figura 51	DMA da amostra do grupo MO5	107
Figura 52	a - Empenamento dos corpos de prova do grupo controle; b - Empenamento dos corpos de prova do grupo MO20	111

LISTA DE TABELAS

Tabela I	Diâmetro, em μm , das partículas do pó que constituem as resinas acrílicas da marca comercial Clássico Ltda	66
Tabela II	Diâmetro, em μm , das partículas do pó que constituem as resinas acrílicas da marca comercial Dental Vipi Ltda	66
Tabela III	Variáveis testadas nas resinas: tipo 1, tipo 2 e tipo 5. Dados expressos como média \pm desvio padrão	72
Tabela IV	Variáveis analisadas nas resinas tipo 5 polimerizadas no ciclo do fabricante e no ciclo curto. Dados expressos como média \pm desvio padrão	82
Tabela V	Variáveis analisadas nas resinas rosa com fibras, rosa sem fibras e incolor. Dados expressos como média \pm desvio padrão	89
Tabela VI	Variáveis analisadas nos grupo Controle (C), Microondas (MW) e Ácido Peracético (AP). Dados expressos como média \pm desvio padrão ...	98
Tabela VII	Variáveis analisadas nos grupos: Controle (C), Microondas (MO) e Ácido Peracético (AP). Dados expressos como média \pm desvio padrão ...	108
Tabela VIII	Diferenças entre os grupos	109

LISTA DE QUADROS

Quadro 1	Resinas acrílicas avaliadas neste trabalho	65
Quadro 2	Áreas das ligações C=C (1650 cm^{-1}) e C=O (1750 cm^{-1}) obtidas no líquido e no polímero	69
Quadro 3	Resultados da contaminação dos corpos de prova e do meio de cultura antes dos tratamentos de desinfecção, para os três tipos de resinas acrílicas	91
Quadro 4	Resultados da contaminação dos corpos de prova e do meio de cultura depois dos tratamentos de desinfecção, para os três tipos de resinas acrílicas	92

RESUMO

O Brasil, à semelhança de outros países, está envelhecendo rapidamente. Os indivíduos com mais de 60 anos compõem hoje o segmento que mais cresce em termos proporcionais, mostrando um incremento da ordem de 500%, em 40 anos. A estimativa para o ano de 2020 é de que o Brasil tenha em torno de 32 milhões de indivíduos idosos, e desta população, uma parcela significativa será parcial ou totalmente desdentada, necessitando de aparelhos protéticos. Apesar da Odontologia apresentar avanços científicos notáveis na reabilitação da saúde bucal, muitos ainda usarão estes aparelhos. Sabe-se que o uso contínuo de próteses pode propiciar o desenvolvimento da estomatite protética, cuja etiologia é multifatorial, destacando-se principalmente a má higiene bucal e da prótese, e geralmente associada à presença de *Candida albicans*. Desta forma, há necessidade de se propor um método de desinfecção, que se mostre eficaz, que seja seguro quanto à toxicidade, que represente baixo risco ocupacional, que seja de fácil manuseio e que não interfira nas propriedades dos materiais utilizados na confecção destes aparelhos. Portanto, a proposição deste trabalho foi avaliar a influência de dois métodos de desinfecção, nas propriedades das resinas acrílicas empregadas na confecção das próteses. As propriedades avaliadas foram: resistência e módulo de flexão, resistência ao impacto Izod, microdureza Knoop, rugosidade, massa específica e grau de inchamento, grau de conversão do monômero, temperatura de transição vítrea, sorção e solubilidade. Os corpos de prova foram confeccionados de acordo com os requisitos de cada ensaio, tanto para os grupos controle (sem tratamento), quanto para os tratados (submetidos a um dos processos de desinfecção). Os tratamentos de desinfecção consistiram de: a) irradiação com energia de microondas na potência de 840 W, durante 1 minuto; b) imersão em ácido peracético durante 5 minutos. A eficácia da desinfecção foi avaliada através de ensaios microbiológicos que consistiram em verificar o crescimento no meio de cultura e na superfície do corpo de prova de *Candida albicans*, após a desinfecção dos corpos de prova, previamente contaminados com uma cepa conhecida do fungo (ATCC 10231). Como as resinas acrílicas são materiais muito utilizados em todas as áreas de atuação da Odontologia, o conhecimento das suas propriedades é de interesse do cirurgião-dentista. As resinas acrílicas tipo 1 (de termopolimerização), tipo 2 (quimicamente ativada) e tipo 5 (ativada por microondas) foram avaliadas neste trabalho. Os resultados mostraram que as resinas acrílicas tipo 1 e tipo 5 apresentam valores semelhantes em todas as propriedades analisadas. A resina acrílica tipo 2 apresentou valores inferiores àqueles encontrados nas tipo 1 e 5. O ciclo de polimerização com melhores resultados foi aquele proposto pelo respectivo fabricante da

resina acrílica. A presença de fibras de *nylon* e de corante não influenciou as propriedades da resina acrílica tipo 5. Das técnicas de desinfecção, a imersão em ácido peracético apresentou os melhores resultados para todas as propriedades avaliadas ao longo do tempo de 20 meses. Por outro lado a irradiação de microondas, a longo prazo, apresentou os piores resultados para todas as propriedades avaliadas. Ambas as técnicas de desinfecção foram eficazes do ponto de vista microbiológico. Mas, para o uso prolongado, a técnica de desinfecção com ácido peracético pode ser recomendada com toda a segurança, no que diz respeito às propriedades avaliadas neste trabalho.

Palavras-chave: resina acrílica; prótese dentária; métodos de desinfecção; grau de conversão; microdureza; temperatura de transição vítrea; resistência ao impacto; massa específica; sorção e solubilidade.

ABSTRACT

Brazil, similar to other countries, is aging quickly. The individuals with more than 60 years old compose today the segment that more grows in proportional terms, showing an increment of about 500% in 40 years. The estimate for 2020 is that Brazil has around 32 million elderly and a significant parcel of them will be partial or totally toothless, needing prosthetic equipments. In spite of notable scientific advance in the rehabilitation of the oral health, many people still will use these equipments. The continuous use of the prosthesis can propitiate the development of denture stomatitis, whose etiology is multifactorial, being generally, associated to the presence of fungus *Candida albicans*. Bad oral hygiene and prosthesis is still distinguished as factor of risk. Therefore, it very necessary for the elderly a efficient, safe and easy handling method of disinfection with low occupational risk and that doesn't intervene with the properties of the materials used in the confection of these prosthetic equipments. The aim of this work is to evaluate the influence of two disinfection methods on the properties of acrylic resin used in the confection of dental prosthesis. Samples had been confectioned in accordance with the requirements of each test for the control groups (without treatment), as for the treated (submitted to one of the disinfection process). The evaluated properties had been resistance and module of flexure, Izod impact, Knoop microhardness, rugosity, specific mass and degree of swelling, degree of conversion of monomer, glass transition temperature, sorption and solubility. The treatments of disinfection had consisted of: a) irradiation with energy of microwaves, in the power of 840 W, during 1 min, or b) immersion in peracetic acid during 5 min. The effectiveness of the disinfection was evaluated by means of microbiological tests, in which was verified the occurrence of growth of *Candida albicans* through of culture and sample surface. For that, the samples were previously contaminated with one type of fungus (known as ATCC 10231) and, after, submitted to one of the two considered processes of disinfection. The work was studied the behavior of three commercial acrylic resins of dental use: acrylic resins of thermal polymerization, self-polymerization and polymerization for energy of microwaves (type 1, 2 and 5 respectively) from two different suppliers. The results had shown that the acrylic resins of type 1 and type 5 presented similar values in all the analyzed properties. The acrylic resins of type 2 had also similar values in all the properties, but statistically lower than ones of type 1 and 5. The best polymerization cycle, which did not modify the resin properties, was that one considered by the respective manufacturer of the acrylic resin. The *nylon* fiber presence and colouring did not influence the properties of the acrylic resin of type 5. The first irradiation with microwaves significantly

increased the evaluated properties and the first immersion in peracetic acid did not modify these properties, in comparison to the control groups. After 20 months, the immersion in peracetic acid did not modify the properties of the material, while the microwave irradiation showed alterations in some properties. Both disinfection techniques had been efficient of the microbiological point of view. On the basis of these results, can be concluded that the microwave irradiation after the polymerization of the material (first cycle), can be recommended, since it increased all the values of the evaluated properties, specially to the conversion degree monomer/polymer. Nevertheless, for prolonged use, the disinfection by means of the immersion in peracetic acid must be recommended, it is efficient for elimination of fungal microorganism and security, characterized for the maintenance of the properties of the acrylic resin evaluated in this work.

Keywords: acrylic resin; prosthesis dental; disinfection method; conversion degree; microhardness; glass transition temperature; impact strength; density; sorption and solubility.

1 ANTECEDENTES

O Brasil, à semelhança de diversos países do mundo, está envelhecendo. A população idosa - formada por indivíduos com mais de 60 anos, é hoje o segmento que mais cresce em termos proporcionais. Na década de 60, o número de idosos era de 3 milhões e este passou para 7 milhões em 1975 e 14 milhões em 2002 – um incremento na ordem de 500% em 40 anos. A estimativa para o ano de 2020 é que o Brasil tenha em torno de 32 milhões de indivíduos idosos.¹

A partir dessas constatações há necessidade de se estabelecer estratégias de saúde visando atender essa população – uma vez que os idosos apresentam doenças próprias do processo de envelhecimento e recorrem mais aos serviços de saúde, tendo internações hospitalares mais longas e necessitando de acompanhamento médico.¹

Um dos critérios para se identificar um idoso saudável é a manutenção, por toda sua vida, da sua dentição natural, em condições funcionais, incluindo a avaliação de aspectos como estética, conforto, habilidade para mastigar, sentir sabor e falar.^{2,3}

No entanto, uma parcela significativa dos idosos são parcial ou totalmente edentados. Uma explicação para este fato seria a ausência de uma política de saúde bucal preventiva voltada aos pacientes adultos, associada a um atendimento odontológico cirúrgico-restaurador mal orientado, isto é, voltado para procedimentos mais mutiladores e não conservadores dos elementos dentários.¹

A Odontologia tem apresentado avanços científicos notáveis na reabilitação da saúde bucal de pacientes parcial ou totalmente desdentados, principalmente após o desenvolvimento de novas técnicas e materiais, bem como na execução de novos procedimentos laboratoriais para a confecção de próteses. No entanto, apesar desta evolução, as próteses não deixam de ser um corpo estranho na cavidade bucal, podendo atuar como fontes de injúrias aos tecidos bucais.

O paciente total ou parcialmente desdentado apresenta alterações no sistema estomatognático, especialmente na mastigação, fonética e estética, e estas ocorrem porque as próteses podem causar injúrias aos tecidos bucais.⁴

A satisfação com a prótese e a ausência de sintomas levam, muitas vezes, os pacientes a pensar erroneamente que as próteses são permanentes e não necessitam de manutenção.

Porém, o uso contínuo de próteses sobrecarrega demasiadamente os tecidos de suporte, podendo propiciar o aparecimento de lesões.⁵⁻⁸

Além dos portadores de prótese, também os cuidadores, devem ser orientados a respeito da importância de se efetuar o controle do biofilme, já que supervisionam a escovação feita pelo paciente, que deve ser, pelo menos, uma vez ao dia.⁹⁻¹¹ A qualidade da higiene é mais importante que a frequência, pois uma escovação realizada apressada e casualmente não é eficaz.¹²⁻¹³

O sucesso das medidas preventivas, que devem orientar os portadores de prótese, também depende do empenho do cirurgião-dentista em motivar estes pacientes. Estes devem entender que uma dieta pobre em açúcar e a higienização adequada da sua prótese são fatores importantes na manutenção da sua saúde bucal.

Assim, deve-se ressaltar a importância de se desenvolver métodos para a higienização das próteses dentárias, que sejam eficazes e de fácil execução pelo idoso ou seu cuidador, principalmente para o idoso que tem dificuldades psicomotoras (que o impedem de realizar uma limpeza adequada da sua prótese), o que contribui por sua vez, para a falta de manutenção da saúde bucal.¹⁴

Portanto, o objetivo inicial deste trabalho foi caracterizar as resinas acrílicas de uso odontológico, bem como avaliar a influência de dois métodos de desinfecção de resinas acrílicas, já propostos na literatura¹⁵⁻¹⁶, sobre as suas propriedades. Como a influência destes métodos, a longo prazo, nas propriedades físico-químicas das resinas ainda não foram completamente avaliadas e interferências nestas propriedades podem alterar o tempo de vida útil das resinas, torna-se necessário avaliar estas propriedades após vários períodos de aplicação das técnicas propostas (desinfecção com ácido peracético e com energia de microondas), e também verificar a ação desinfetante destas técnicas.

2 JUSTIFICATIVA

2.1 REQUISITOS BÁSICOS DAS RESINAS ACRÍLICAS

As resinas acrílicas devem preencher alguns requisitos básicos, tais como: ser insípida, inodora, não tóxica, não irritante aos tecidos bucais, insolúvel na saliva ou qualquer outro fluido corpóreo. Devem ter um comportamento estável, em termos dimensionais, e manter a cor, quando em uso no interior da cavidade bucal, sob todas as condições às quais estão sujeitas. Estas resinas devem permitir um polimento adequado e serem passíveis de desinfecção, sem afetar suas propriedades físico-mecânicas bem como manter as suas características de estética.¹⁷⁻¹⁸

2.2 TIPOS DE RESINAS ACRÍLICAS E COMPOSIÇÃO

De acordo com a *International Organization for Standardization* (ISO) 1567 existem cinco tipos de resinas acrílicas: tipo 1 (polímeros termopolimerizáveis), tipo 2 (polímeros autopolimerizáveis), tipo 3 (polímeros termoplásticos), tipo 4 (polímeros fotoativados) e tipo 5 (polímeros ativados por energia de microondas).¹⁹

As resinas acrílicas são fornecidas na forma de pó e líquido. O pó é composto de microesferas pré-polimerizadas, cujos componentes são o poli(metacrilato de metila) -PMMA e o peróxido de benzoíla, que é o iniciador da reação de polimerização. O líquido é claro e transparente e tem como componente principal o metacrilato de metila (MMA), cuja fórmula estrutural está representada na Figura 1. A molécula de MMA é a unidade funcional da resina acrílica, sendo que a polimerização do líquido ocorre pela união destas moléculas formando uma macromolécula. O líquido ainda contém uma pequena quantidade (0,006%) de hidroquinona, que é um inibidor da polimerização do líquido durante sua armazenagem. O líquido tem uma temperatura de ebulição de 100,8° C e o calor liberado durante a sua polimerização é de 12,9 Kcal/mol. O líquido, quando misturado ao pó, tem a função de dissolver parcialmente o pó e produzir uma massa plástica, que será adaptada ao modelo para cumprir sua finalidade. A proporção correta entre o pó e o líquido é importante para a obtenção de propriedades ideais na estrutura final a ser confeccionada com este material. A relação pó/líquido indicada é de 3:1 em volume, ou seja, três partes de pó para uma parte de líquido, ou 2:1 em peso. Um agente de ligação cruzada também pode ser adicionado ao

líquido, numa concentração de 1 a 2%. A substância mais utilizada para esse fim é o etilenoglicoldimetacrilato (EGDMA), que química e estruturalmente é semelhante ao metacrilato de metila²⁰. O agente de ligação cruzada permite a ligação das cadeias poliméricas através de interconexões, que aumentam a resistência do material à deformação. A mistura do pó com o líquido deve passar pelo processo de polimerização, que é desencadeado por um ativador, que pode ser a energia luminosa, energia de microondas, energia térmica ou energia química. A resina polimerizada e polida deve apresentar uma superfície lisa, dura e vítrea.¹⁷⁻¹⁹

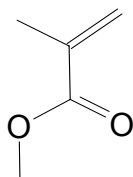


Figura 1. Fórmula estrutural da molécula de metacrilato de metila

2.3 POLIMERIZAÇÃO

2.3.1 Processo de polimerização

A polimerização é um processo que une as moléculas do monômero, através de ligações covalentes, para formar o polímero (macromolécula). Através da ativação, que pode ser com agente químico (amina terciária) ou físico (calor ou microondas), o iniciador da polimerização (peróxido de benzoíla) decompõe-se formando radicais livres (carboxyl ou fenil). Cada radical livre reage com uma molécula de monômero rompendo a sua ligação insaturada (dupla), deixando um elétron sem par e transformado-a em um novo radical livre (radical acrílico) que inicia o crescimento da cadeia polimérica. Este processo ocorre a partir de vários centros ativos dando origem a um polímero de elevada massa molar. A reação cessa quando o centro ativo é bloqueado por uma série de reações de terminação, ou seja, quando dois radicais acrílicos se combinam e tornam-se desativados pela troca de energia (desproporcionamento) ou quando elétrons de uma macromolécula em crescimento são transferidos para uma molécula inativa²¹. Este processo de polimerização ocorre por adição de molécula a molécula, chamado de poliadição, e não forma subprodutos. A Figura 2 ilustra este processo de polimerização.

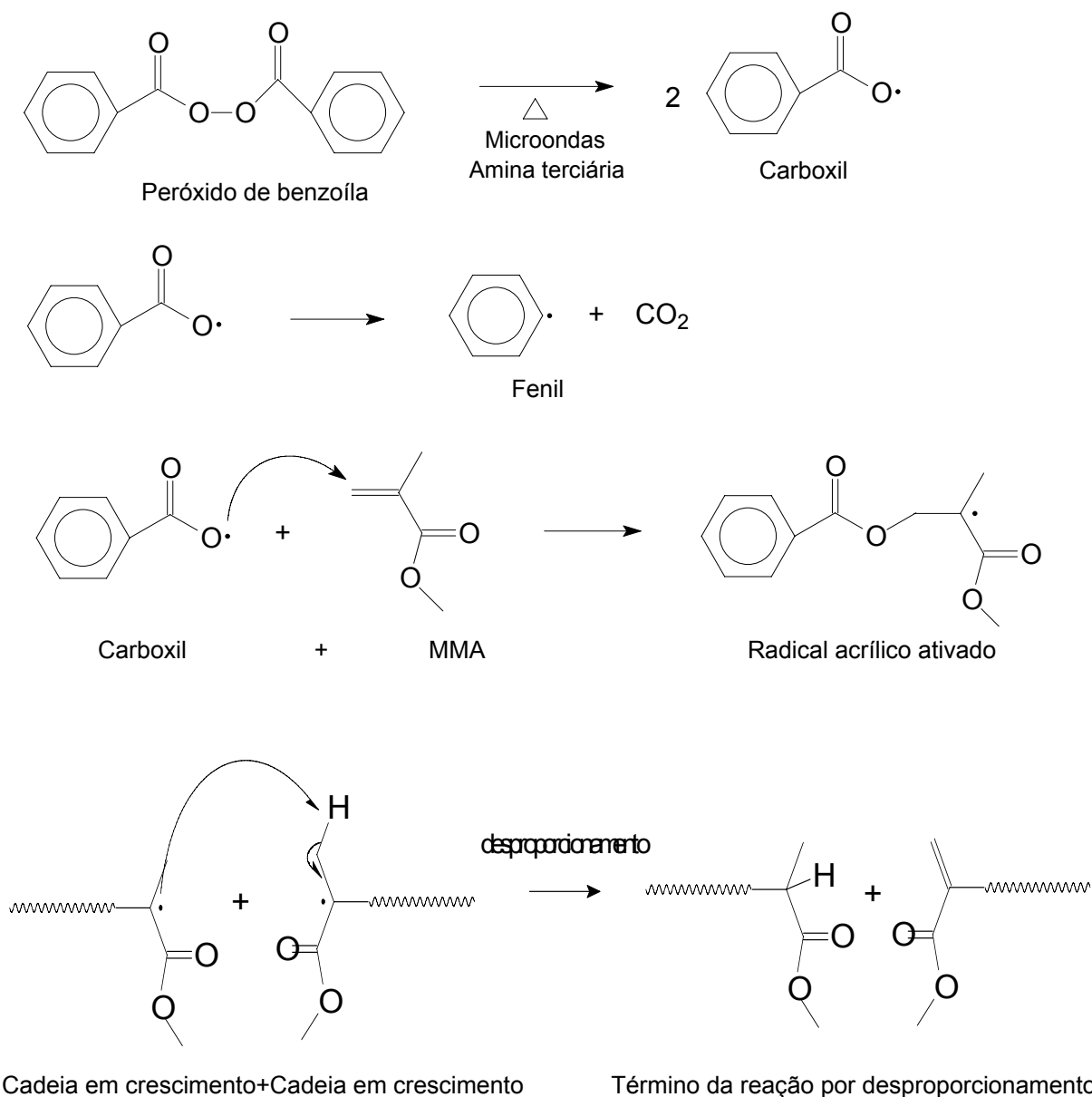


Figura 2. Representação esquemática do processo de polimerização

2.3.2 Polimerização com energia térmica – resina acrílica tipo 1

A polimerização através da energia térmica ocorre quando a temperatura da resina atinge 65° C, o que gera quantidade de calor suficiente para decompor a molécula de peróxido de benzoíla, formando radicais livres, que desencadeiam a reação de polimerização. Esta polimerização também é conhecida como polimerização em banho de água, pois a mufla contendo a resina é mantida em temperatura constante dentro da água.¹⁷

2.3.3 Polimerização com agente químico – resina acrílica tipo 2

Este tipo de polimerização ocorre quando uma substância química, normalmente uma amina terciária (que pode ser a para-dimetiltoluidina) é adicionada ao líquido e na mistura pó/líquido atua como um catalisador favorecendo a formação de radicais livres de peróxido de benzoíla. Assim, após a mistura do pó com o líquido, na temperatura ambiente, o processo se desencadeia e ocorre a polimerização do material num período de aproximadamente 60 minutos.²² Este processo é também denominado de polimerização a frio.¹⁷

2.3.4 Polimerização com microondas – resina acrílica tipo 5

As microondas são ondas eletromagnéticas, não ionizantes, com frequência na faixa de 300 KHz a 300 GHz, comprimento de onda (λ) maior que 800 nm e energia menor que 0,01eV. A região das microondas, no espectro eletromagnético, fica entre a região de infravermelho e a das ondas de rádio.

A Figura 3 mostra a posição das microondas no espectro eletromagnético²³

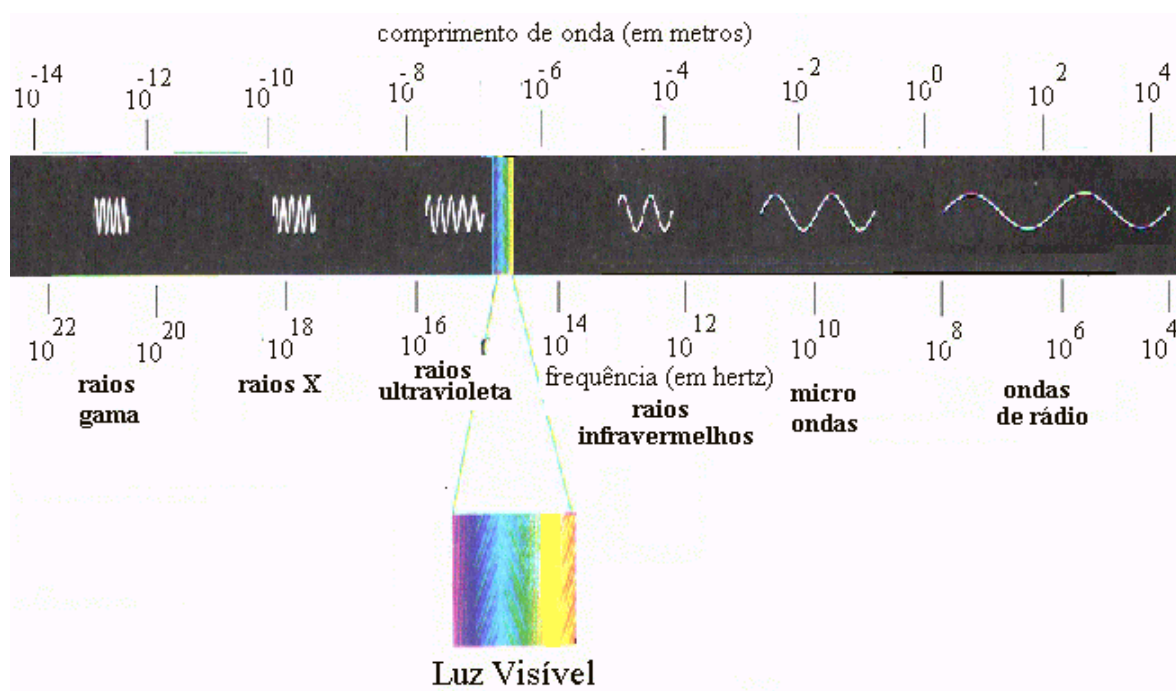


Figura 3. Espectro eletromagnético

A maioria dos fornos de microondas opera com uma frequência de 2,45 GHz, que produz um comprimento de onda de aproximadamente 12 cm. O aquecimento por microondas

é também chamado de aquecimento dielétrico, e existem dois mecanismos principais para a transformação de energia eletromagnética em calor²⁴. O primeiro deles é chamado rotação de dipolo, e relaciona-se com o alinhamento das moléculas (que tem dipolos permanentes ou induzidos) com o campo elétrico aplicado. Quando o campo é removido as moléculas voltam a um estado desordenado, e a energia que foi absorvida para esta orientação é dissipada na forma de calor. O segundo mecanismo é chamado de condução iônica e ocorre pela fricção das moléculas entre si quando elas estão alinhadas e vibrando na mesma frequência do campo elétrico aplicado.

Este mesmo comportamento, das moléculas de água, ocorre quando as moléculas de metacrilato de metila são submetidas à ação das microondas. Como as moléculas de MMA são polares elas se orientam sob a ação do campo elétrico gerado pelas microondas e vibram na mesma frequência deste campo, determinando inúmeras colisões intermoleculares causado um aquecimento no material²⁵. Na medida em que há propagação do calor gerado pela vibração das moléculas de MMA²⁶ a reação de polimerização avança e estas moléculas se unem através de ligações covalentes formando o polímero com elevado peso molecular.^{17,25}

A polimerização com energia de microondas foi desenvolvida pelos japoneses na década de 60.²⁵ A energia das microondas é utilizada para decompor o peróxido de benzoíla e formar os radicais livres que iniciam o processo de polimerização. A grande vantagem deste processo é a sensível diminuição no tempo de polimerização.

As resinas tipo 3 e 4 não foram descritas, pois não são utilizadas rotineiramente na clínica odontológica do Brasil.

2.4 PROPRIEDADES

As propriedades das resinas acrílicas são frequentemente avaliadas e relatadas na literatura. Propriedades como sorção e solubilidade, porosidade, resistência e módulo de flexão, microdureza, rugosidade e outras tantas propriedades mecânicas têm sido descritas, mas poucas referências existem sobre grau de conversão e temperatura de transição vítrea.

A sorção representa a absorção de água para o interior do material e a adsorção na superfície do mesmo. Os dois fenômenos estão frequentemente relacionados e o termo sorção é proposto para designar ambos.²⁸ A ISO 1567 determina que a sorção de água, verificada através do aumento na massa da resina, não poderá ultrapassar $32 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ após imersão durante sete dias, a 37°C , quando submetida ao ensaio descrito na mesma norma. A

solubilidade é verificada através da perda de massa de resina, e não deve ser maior que 1,6 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ para as resinas acrílicas (tipo 1 e tipo 5), e 8,0 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ para as resinas (tipo 2), quando submetidas ao teste de solubilidade.¹⁹

A resistência à flexão é determinada pela carga máxima capaz de fraturar um material, após a aplicação de uma carga previamente especificada. Neste tipo de análise, o material sofre deflexão até o momento da sua ruptura.¹⁷

Um estudo que avaliou a influência de ciclos de polimerização com energia de microondas, o recomendado pelo fabricante da resina e outro de 3 minutos com 500W de potência, sobre a resistência à flexão da resina acrílica Onda-Cryl®, mostrou que ambos os ciclos não afetaram esta propriedade e os valores encontrados estavam dentro daquele estabelecido pela ISO 1567, que é de no mínimo 65 MPa.²⁹

Em mineralogia, a dureza relativa de um material é baseada na sua capacidade de resistir ao arranhamento. Em metalurgia e na maioria de outras áreas, o conceito de dureza mais aceito é o de “resistência à endentação”. A maioria dos testes de dureza se baseiam neste conceito, ou seja, a endentação é verificada a partir de uma carga aplicada, ou ponta afiada, ou partícula abrasiva ter atuado na superfície de um material.¹⁷ Ainda, o ensaio de dureza fornece uma indicação da resistência à abrasão do material, sendo que os ensaios Knoop e Vickers são os mais indicados para a análise de microdureza dos materiais dentários. Para o ensaio de dureza não existe uma norma, que determine valores mínimos, para que o material seja adequado a sua indicação.³⁰

Qualquer material dentário deve ser perfeitamente polido antes que seja colocado na boca. Uma superfície rugosa não é apenas desconfortável, mas também permite a aderência de alimentos, de biofilme dental e de *C. albicans*.³¹⁻³²

Dependendo do tamanho da partícula do material de polimento, que pode variar de 0,03 μm até 0,75 μm , a resina acrílica pode ter rugosidade variada na sua superfície. O ideal é que a superfície da resina tenha rugosidade abaixo do limiar de rugosidade estabelecido como ideal, que é de 0,2 μm .³³

Um estudo mostrou que há uma quantidade significativamente maior de *C. albicans* aderida à resina acrílica rugosa do que na lisa, e que a adesão máxima foi atingida nas superfícies lixadas com papel de granulação média de 1,20 μm .³⁴

Uma pesquisa realizada para verificar a rugosidade de 20 marcas comerciais de resinas acrílicas para base de dentadura, mostrou que a rugosidade média encontrada variou de 0,7

μm a $7,6 \mu\text{m}$. A pesquisa concluiu que nenhum material atingiu a rugosidade R_a de $0,2 \mu\text{m}$ preconizada como sendo ideal.³⁵

Um estudo que avaliou a influência de técnicas de polimento sobre a rugosidade superficial de resinas acrílicas, mostrou que o polimento mecânico, dentre os métodos testados, foi o mais eficaz, pois a rugosidade média encontrada foi de $0,2 \mu\text{m}$.³⁶

A manutenção da cor inicial numa base de dentadura é um requisito importante, pois um aparelho protético, além de restabelecer a função mastigatória perdida, deve ser esteticamente aceitável.³⁷

A quantidade de monômero livre na resina após a sua polimerização pode alterar a comportamento do material, assim a resina de termopolimerização não deve ter mais que 2% de monômero e a de autopolimerização de 2% a 5%.^{19,37}

Após a polimerização, além do monômero residual, polímeros de baixa massa molar ou oligômeros podem estar presentes no material, e estes podem interferir nas propriedades mecânicas²¹ do material.

2.5 *CANDIDA ALBICANS* COMO SAPRÓFITA DA CAVIDADE BUCAL E O DESENVOLVIMENTO DE CANDIDÍASE

Este fungo é considerado um comensal da microbiota bucal, e está presente em 30% a 70% dos indivíduos aparentemente saudáveis. Embora existam diversas espécies, a *Candida albicans* é a mais frequentemente encontrada na cavidade bucal, seja como comensal ou agente patogênico.³⁸⁻³⁹

A candidíase é uma infecção fúngica causada geralmente pela *C. albicans*, com localização preferencial na mucosa bucal e da orofaringe. O estabelecimento da candidíase ocorre devido a vários fatores predisponentes locais ou gerais, tais como: extremos de faixa etária (recém-nascidos e idosos), má nutrição, doenças metabólicas, infecção concomitante com outros agentes patogênicos, terapia antimicrobiana, infecção pelo vírus da imunodeficiência humana (HIV), radioterapia e terapia imunossupressora e tantos outros fatores.⁴⁰

A candidíase pode ser aguda ou crônica, e as formas mais comuns são a pseudomembranosa e a eritematosa, sendo a xerostomia e a sensação de queimação bucal as queixas mais comuns. Ainda há outras lesões associadas à *C. albicans*, tais como a queilite angular, a glossite romboidal mediana e a estomatite por prótese. A estomatite por prótese é

mais comum em portadores de prótese superior e manifesta-se na forma de eritema e edema, na mucosa em contato com a prótese. Esta lesão pode ser localizada ou generalizada por todo o leito da prótese.⁴¹

A candidíase é observada com maior frequência em pacientes geriátricos e, geralmente, está associada à estomatite protética.⁴²⁻⁴³ Dados epidemiológicos sobre estomatite protética apontam para uma prevalência maior em pacientes do sexo feminino e em idosos, sendo que estudos estatísticos mostram que a prevalência da estomatite protética é de 50%.^{40,42} A sua etiologia é de origem multifatorial, destacando-se: trauma pela prótese, má higiene bucal e da prótese, uso contínuo da prótese, infecção por *C. albicans* e hipersensibilidade ao material da prótese.⁴²

Num estudo com 77 pacientes brasileiros edentados foi observado que metade deles apresentavam alguma forma de estomatite protética, associada à má higiene das próteses. Neste grupo, a frequência de estomatite foi maior nas mulheres, que tiveram *C. albicans* isolada a partir de amostras da saliva. Após a confecção de novas próteses e instruções de higiene bucal e das próteses, houve a resolução da lesão na maioria dos pacientes. Provavelmente, as novas próteses sendo de melhor qualidade dificultaram a colonização pela *C. albicans*. Entretanto, os autores do estudo consideraram que a presença do fungo na saliva foi um fator importante na predisposição à recidiva da estomatite protética, que posteriormente foi avaliada.⁴⁰

Em 2004 foram avaliados 305 pacientes - sendo 78% mulheres e 22% homens - procurando-se relacionar idade, gênero, tipo de prótese, tempo de uso e o método de higienização das próteses. Os autores encontraram como lesão mais freqüente a candidíase atrófica crônica, ocorrendo mais em mulheres e em portadores de prótese superior com tempo de uso entre 16 e 20 anos. O método mais comum de higienização das próteses era a escovação com dentifício. Os resultados deste trabalho sugerem que os aparelhos protéticos podem causar uma variedade de lesões na mucosa bucal e que o acompanhamento periódico dos pacientes que usam prótese - para não só avaliar as próteses, mas também para orientá-los quanto aos cuidados com a saúde bucal - seria a conduta mais adequada para a prevenção de doenças bucais.⁴⁴

A capacidade da *C. albicans* de aderir e colonizar a superfície das próteses é um fator importante na patogênese da estomatite protética. Entretanto, estudos de microscopia eletrônica e de cultivos têm mostrado que o biofilme dental - que se desenvolve tanto em pacientes sadios como em pacientes com alterações patológicas - é formado por bactérias, e

que estas junto com a *C. albicans* têm um papel importante na etiologia da estomatite protética. Acredita-se que a prótese - com este complexo biofilme de bactérias e *C. albicans* - atue como um reservatório de microorganismos favorecendo a reinfecção por *C. albicans* após o tratamento do paciente que permanece usando este aparelho sem a adequada descontaminação.⁴⁵⁻⁴⁹

A aderência deste fungo à superfície da resina acrílica de próteses - que pode ser diretamente ou por intermédio do biofilme bacteriano - é o primeiro passo na patogênese da estomatite protética. Desta forma, a prótese atuaria como um reservatório de fungos que reinfectariam a mucosa após o término do tratamento com agentes fungicidas.^{10,43,50}

A aderência da *C. albicans* às diversas superfícies de materiais empregados na confecção de próteses foi investigada, assim como o efeito da película salivar na aderência do fungo à estas superfícies. Os resultados mostraram que a *C. albicans* se adere em maior quantidade nas superfícies rugosas do que nas lisas.³¹

Sendo mais freqüente na população geriátrica o uso de aparelhos protéticos, o consumo de fármacos que induzem xerostomia, as doenças metabólicas e as deficiências nutricionais, entre outros fatores predisponentes para esta infecção oportunista, não é surpresa que esta seja a forma mais comum de infecção por *C. albicans* na cavidade bucal destes indivíduos. Numa análise de dados referentes à colonização por *C. albicans* em prótese de pacientes idosos, foi constatado que a presença da prótese dentária foi o fator que mais significativamente influenciou a freqüência de colonização e que esta ainda teve um incremento adicional em função da idade avançada do portador da prótese.⁵¹

Dentro deste contexto, torna-se premente definir técnicas de desinfecção de superfícies acrílicas protéticas para prevenir a aderência do fungo *C. albicans*, já que esta é a primeira etapa para que se estabeleça o quadro de doença representado pela estomatite protética.

2.6 BIOSSEGURANÇA

O aumento da incidência de doenças infecciosas fez com que os profissionais da Odontologia discutissem a sua prática profissional em busca de mecanismos efetivos de proteção. As medidas de precaução padrão fazem parte de um conjunto de normas utilizadas para controlar a infecção e devem ser adotadas como forma eficaz de reduzir o risco ocupacional de transmissão de agentes infecciosos nos serviços de saúde. Estas medidas estão indicadas para todos os procedimentos odontológicos, independente do tipo de tratamento e

do diagnóstico prévio do paciente, pois o sangue e/ou a saliva podem ser veículo para os microorganismos.⁵²

A lavagem prévia dos materiais e instrumentos a serem desinfetados, é um procedimento importante, pois retira matéria orgânica e reduz a quantidade de microorganismos, o que facilita a atividade dos agentes desinfetantes.⁵³

Um estudo realizado com 155 técnicos de laboratório dentário mostrou 14,2% apresentaram teste positivo para hepatite B. Este grupo foi comparado com um grupo de 1600 pessoas, que fizeram o teste da hepatite B para serem doadores de sangue. Neste último grupo, o teste foi positivo em apenas 4%. O estudo refere que para prevenir a contaminação dos técnicos de laboratório, as próteses devem ser desinfetadas antes do início de qualquer procedimento no laboratório.⁵⁴

A falta de cuidados com a biossegurança propicia as infecções cruzadas. Para prevenir a exposição de pacientes e profissionais aos possíveis agentes patogênicos, os órgãos de saúde no mundo inteiro vêm aprimorando e fiscalizando as normas de assepsia nos estabelecimentos odontológicos. No Brasil, a fiscalização destes estabelecimentos é de competência dos Centros de Vigilância Sanitária (CVS), órgãos ligados às Secretarias Estaduais ou Municipais de Saúde.

2.6.1 Desinfecção com agentes químicos

As próteses de uso odontológico são confeccionadas com resinas acrílicas, que são materiais termossensíveis. Portanto, a desinfecção destes requer o uso de agentes específicos para tais materiais.

Uma forma de controlar a infecção cruzada em laboratórios e consultórios odontológicos é a desinfecção de moldagens, modelos e próteses. Esta desinfecção pode ser realizada através da imersão em solução de hipoclorito de sódio a 1% ou glutaraldeído a 2%, durante 10 minutos.⁵⁵

O termo desinfetante de alto nível define aquele capaz de eliminar a maioria dos microorganismos, com exceção de esporos bacterianos. Alguns desinfetantes de alto nível, como o glutaraldeído, o peróxido de hidrogênio e o ácido peracético podem até ser esterilizantes dependendo do tempo de exposição do material ao agente químico.⁵⁶

A escolha de um desinfetante de alto nível é importante para que os profissionais de saúde possam fazer um efetivo controle da infecção cruzada nos seus ambientes de trabalho. Foi realizada uma revisão sobre esterilizantes químicos com o propósito de facilitar a escolha do agente de desinfecção pelo profissional de saúde. As evidências mostram que o glutaraldeído - um dialdeído saturado - tem sido o agente químico mais usado para a desinfecção geral. A sua atividade biocida é consequência da alquilação da sulfidril, hidroxila, carboxila e grupos amino que alteram o RNA, DNA e síntese de proteínas nos microrganismos. O glutaraldeído possui uma atividade antimicrobiana de amplo espectro. A sua concentração mínima, para uma desinfecção de alto nível, é de 1% a 1,5%. Entretanto, os vapores de glutaraldeído irritam os olhos, nariz, garganta e, em determinadas concentrações, podem causar dermatite de contato, asma e rinite⁵⁷.

Segundo o *Council on Dental Materials and Devices (CDMD) and Council on Dental Therapeutics (CDT)*, o glutaraldeído é eficaz para desinfecção de resinas acrílicas, mas é irritante para a pele e a mucosa.⁵⁸

Por causa destes efeitos tóxicos do glutaraldeído, há necessidade do uso de luvas e máscara durante a sua manipulação e esta deve ocorrer, obrigatoriamente, em ambientes arejados.⁵⁹

A desinfecção das resinas acrílicas com hipoclorito de sódio é eficaz, mas com o decorrer do tempo causa branqueamento no material, sendo este método rejeitado pelos pacientes⁶⁰.

Um outro agente químico capaz de atuar como um desinfetante é o ácido peracético. Ele é um agente oxidante e tem ação semelhante a do peróxido de hidrogênio, ou seja, promove a desnaturação de proteínas, ruptura da permeabilidade da parede da célula, oxidação de sulfidrilas (SH) e ligações de enxofre (S-S) nas proteínas, enzimas e outros metabólitos. O ácido peracético é caracterizado como de ação rápida e com atividade antimicrobiana de amplo espectro. Ele inativa bactérias Gram-positivas e Gram-negativas e fungos no tempo de até 5 minutos numa concentração menor que 100 ppm. Mas, na presença de matéria orgânica, são necessários 200 ppm a 500 ppm. Já para a inativação de vírus, a concentração necessária é maior, sendo que os polivírus são inativados em 15 minutos com concentrações de 1500 ppm a 2250 ppm. Esporos bacterianos são inativados de 15 segundos a 20 minutos com concentração de 500 ppm a 10000 ppm.⁵⁷

O relatório da *British Society of Gastroenterology Endoscopy Committee (BSGC)*⁶¹ refere que o glutaraldeído e o ácido peracético são usados para desinfecção de aparelhos de

endoscopia gastrointestinal. Destaca que o glutaraldeído a 2% é o desinfetante mais utilizado na Inglaterra. Relata que apresenta alto grau de eficácia, sendo efetivo contra bactérias vegetativas, fungos e a maioria dos vírus. Uma exposição de somente 2 minutos inativa a maioria dos agentes infecciosos, incluindo o HIV (vírus da imunodeficiência humana) e vários enterovírus; uma exposição de 2 a 5 minutos destrói o vírus da Hepatite B, enquanto 20 minutos são suficientes para destruir a maior parte dos microrganismos, incluindo o *Mycobacterium tuberculosis*. Este mesmo tempo foi eficaz em endoscópios usados em pacientes com sintomas manifestos de Síndrome da Imunodeficiência Adquirida (SIDA) e outras imunodeficiências. Associado à eficácia, o relatório refere dois fatores que têm estimulado o uso do glutaraldeído a 2% na Inglaterra: seu custo relativamente baixo e a ausência de danos ao endoscópico. No entanto, reações adversas do glutaraldeído a 2% têm sido observadas em integrantes de equipes que realizam endoscopia. Além do mais o *Health and Safety Commission* recomendou reduções nos níveis atmosféricos de glutaraldeído de modo a satisfazer as exigências do *Control of Substances Hazardous to Health Regulations* (CSHHR) (1994)⁶¹.

No que diz respeito ao ácido peracético, o relatório descreve que foi introduzido como agente desinfetante ou esterilizante em 1955 e que tem sido usado principalmente na indústria alimentícia e de fios de sutura. Ele tem sido utilizado para descontaminação de plásticos de equipamentos médicos. Trata-se de uma solução que, além do ácido peracético, é composta por peróxido de hidrogênio e ácido acético. Na decomposição esta solução deixa como subprodutos, água, ácido acético e oxigênio. O ácido peracético possui rápida ação contra bactérias vegetativas, fungos, esporos bacterianos e vírus. As bactérias vegetativas, incluindo *Mycobacterium*, são inativadas em menos de 5 minutos e os esporos de *Bacillus subtilis* são destruídos em menos de 10 minutos.⁶²

O relatório⁶¹ e também outro estudo⁶³ descrevem uma técnica de esterilização em baixa temperatura controlada por um microprocessador. Nesta técnica, o ácido peracético concentrado a 35% é diluído a 0,2% através da adição de água filtrada a temperatura aproximada de 50°C e depois circula pelo interior de um endoscópio, promovendo desinfecção num tempo de 30 minutos.

Estudos que avaliaram a atividade esporicida de quatro técnicas de esterilização em baixas temperaturas - uma com óxido de etileno, duas com sistemas de esterilização com plasma e uma quarta com ácido peracético - mostraram que todas as técnicas foram eficazes

contra o *Bacillus stearothermophilus* (este bacilo foi selecionado por ser o mais resistente ao processo de esterilização).⁶³

Outro estudo sobre métodos de esterilização descreve a eficácia do peróxido de hidrogênio contra micobactérias resistentes ao glutaraldeído. Estas micobactérias causam doenças como a tuberculose e a lepra, sendo espécies oportunistas que podem infectar pacientes com deficiências imunológicas. O glutaraldeído, que já teve largo uso na esterilização, agora tem se mostrado ineficaz, pois foram detectadas bactérias resistentes ao mesmo. Assim, foi sugerido o uso alternativo de peróxido de hidrogênio, mostrando o quanto é válido se testar a eficácia do ácido peracético, já que ambos são compostos que têm suas ações baseadas na produção de oxigênio com elevada ação bactericida⁶⁴.

Instituições de referência internacional na área de controle de infecção hospitalar como a *Food and Drug Administration* (FDA), *Association of Professionals in Infection Control* (APIC) e *Center of Disease Control* (CDC)⁶⁶ consideram o ácido peracético uma alternativa eficaz e segura ao glutaraldeído. O Ministério da Saúde através da portaria número 122, de 29 de novembro de 1993, reconhece e declara o ácido peracético como um desinfetante e esterilizante. O ácido peracético atua através da reação de oxidação das ligações entre sulfetos (S-S) e entre as ligações de sulfeto e hidrogênio (SH) da membrana celular, do conteúdo citoplasmático e do material genético. Assim, enzimas essenciais para as reações bioquímicas de reprodução dos microrganismos são oxidadas. As ligações entre sulfetos são responsáveis pela resistência da forma esporulada dos microrganismos à ação do calor e agentes químicos em geral. O ácido peracético é uma alternativa, eficaz e segura para os usuários que se preocupam com os riscos ocupacionais e ambientais que o glutaraldeído apresenta.⁶⁶

O Instituto de Tecnologia do Paraná fez diversos estudos com o ácido peracético 0,2% (Sterilife®), e comprovou a sua eficácia no *Bacillus subtilis* e no *Clostridium sporogenes*.⁶⁷

Este mesmo Instituto fez testes de irritação cutânea primária⁶⁸ e classificou o produto como não irritante, e de irritabilidade ocular⁶⁹ em que foi classificado como irritante, pois alguns animais apresentaram opacidade da córnea, irite e inflamação da mucosa ocular. Outro estudo avaliou os riscos associados ao contato com ácido peracético numa concentração de 35% e de 0,2%. Os resultados indicaram que o ácido peracético a 35% produz efeitos similares ao de outros ácidos fortes. Foi verificado que a diluição a 0,2% tem pH aproximadamente neutro, não é tóxico na administração dérmica e oral e não tem efeito

corrosivo na pele. No entanto, verificou que a diluição de 0,2% pode causar alguma irritação reversível nos olhos mediante contato direto.⁷⁰

Um estudo comprovou que o ácido peracético 0,2% produz a esterilização das resinas acrílicas de termopolimerização, de autopolimerização e daquelas ativadas por energia de microondas, após 5 minutos de imersão.¹⁵

Como o ácido peracético é biodegradável e não gera compostos tóxicos, pois decompõe-se em ácido acético, água e oxigênio, este parece ser o agente ideal para a desinfecção das resinas acrílicas.

2.6.2 Desinfecção com microondas

Um estudo mostrou que a irradiação com microondas foi mais letal do que o calor convencional na eliminação de esporos de *Clostridium sporogenes* e uma exposição de três minutos com 720 W foi capaz de eliminar o *Bacillus sphaericus*, num meio de cultura de tecidos. Também mostrou que um tempo de exposição de um minuto foi suficiente para esterilizar totalmente um meio de cultura, que estava contaminado com dez agentes patogênicos (os mais freqüentes nestes meios de cultura), que são muito utilizados em laboratórios de microbiologia clínica. Ainda demonstrou que uma exposição de três minutos esterilizou vasos em cultura de tecidos e que a mesma exposição inativou três vírus de teste. No entanto, o mecanismo de morte dos microorganismos pelas microondas ainda não foi totalmente explicado. O estudo ainda mostrou que a irradiação com microondas foi capaz de eliminar bactérias e fungos de meios de cultura e de dentaduras, mas em tempos de exposição diferentes – sem induzir alterações dimensionais nas dentaduras, mesmo num tempo superior a 15 minutos.⁶⁰

Um outro estudo sobre desinfecção mostrou que a irradiação com microondas não causou alterações dimensionais significativas após 15 minutos de irradiação com potência de 650 W⁷¹.

Ainda procurando estabelecer as propriedades desinfetantes ou esterilizantes da energia de microondas, foi desenvolvido um trabalho sobre a potência de irradiação e o tempo necessário para eliminar vários tipos de bactérias, inclusive as suas formas esporuladas. Os autores encontraram que as formas esporuladas de várias bactérias foram mortas somente após a irradiação com 1400 W durante 10 a 20 minutos. Assim, referem que o forno de microondas convencional pode ser usado somente para processos de desinfecção, ressaltando

que a ação das microondas foi mais eficaz quando os microorganismos estavam em suspensões aquosas.⁷²

A irradiação com microondas numa potência de 600 W durante cinco minutos foi capaz de eliminar *C. albicans* da superfície da resina acrílica de termopolimerização, mas não da superfície dos condicionadores de tecidos. Os condicionadores de tecidos apresentaram um aumento na sua dureza após a irradiação com microondas.⁷³

Um estudo que comparou o efeito da desinfecção com glutaraldeído 2% e da irradiação com microondas, sobre as propriedades de microdureza, resistência à flexão e a estabilidade dimensional de uma resina acrílica de termopolimerização, mostrou que a irradiação com microondas, numa potência de 500 W durante três minutos, foi melhor, pois não provocou alteração significativa nas propriedades testadas.³⁵

A estabilidade dimensional de dentaduras submetidas ao processo de desinfecção com irradiação de microondas foi investigada após a irradiação de 640 W por 10 minutos e 331 W por 6 minutos. Constatou-se que a maior potência associada ao tempo de 10 minutos produziu uma expansão ou contração significativa, enquanto a menor potência associada ao tempo de 6 minutos mostrou menor alteração dimensional.⁷⁴

Um estudo que avaliou o efeito da irradiação com microondas (potência de 650 W por cinco minutos) sobre a adesão de *C. albicans* à superfície de condicionadores de tecidos moles e de resinas acrílicas termopolimerizáveis, mostrou que a irradiação com microondas pode ser um método alternativo para desinfecção das resinas acrílicas, mas não para todos os condicionadores, pois constataram presença de *C. albicans* em um tipo de condicionador após o emprego desta técnica de desinfecção.⁷⁵

A eficácia da irradiação com microondas, para eliminar *C. albicans* de três condicionadores de tecidos moles e de uma resina acrílica de termopolimerização, foi avaliada após cinco minutos de irradiação com 500 W de potência, em espécimes imersos em água (que foram comparados com aqueles não imersos em água). Os resultados mostraram que *C. albicans* foi eliminada de todos os materiais testados e que a repetição de cinco ciclos afetou a dureza de um condicionador de tecidos moles.⁷⁶

Um estudo que avaliou a eficácia da irradiação com microondas e da imersão em solução de digluconato de clorexidina 0,2% para desinfetar próteses de pacientes com candidíase oral, mostrou que a energia de microondas (850 W durante 60s) foi o método mais eficaz para a desinfecção das próteses.¹⁶ Os pacientes deste estudo foram aleatoriamente colocados nos dois grupos de tratamento e após três meses de acompanhamento aqueles que

tiveram a prótese desinfetada no forno de microondas apresentaram melhora significativa em relação ao outro grupo. Todos os pacientes receberam o mesmo tratamento medicamentoso para a candidíase oral.

3 OBJETIVO GERAL

O objetivo inicial deste trabalho foi caracterizar as resinas acrílicas de termopolimerização, de autopolimerização e aquelas polimerizadas com energia de microondas, de duas marcas comerciais, analisando as propriedades de:

- a) resistência ao impacto Izod;
- b) microdureza Knoop;
- c) massa específica e grau de inchamento;
- d) grau de conversão do monômero/polímero;
- e) temperatura de transição vítrea;
- f) sorção e solubilidade.

3.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) avaliar a influência do ciclo de polimerização nas propriedades das resinas acrílicas polimerizadas com energia de microondas;
- b) avaliar a influência da presença de fibras de *nylon* e de corante nas propriedades de uma resina acrílica polimerizada com energia de microondas;
- c) avaliar a eficácia de duas técnicas propostas para a desinfecção de resinas acrílicas, analisando uma resina acrílica polimerizada com energia de microondas;
- d) avaliar a influência destas técnicas de desinfecção nas propriedades físico-químicas de uma resina acrílica polimerizada com energia de microondas;
- e) avaliar a influência destas técnicas de desinfecção nas propriedades físico-químicas de uma resina acrílica polimerizada com energia de microondas, após um longo período de aplicação das técnicas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

Os materiais utilizados para a confecção dos corpos de prova foram:

Resinas acrílicas da marca comercial Dental VIPI Ltda, São Paulo/SP e da Artigos Odontológicos Clássico Ltda, São Paulo/SP.

Gesso odontológico (tipo II), da marca comercial Darlo Monteiro, produzido em Cachoeirinha, RS.

Silicone de adição Adsil, massa densa (tipo I), da marca comercial Vigodent S/A Indústria e Comércio, Rio de Janeiro/RJ.

Lixas d'água 3M do Brasil, Sumaré/SP.

Fresa TDV Ltda.

Pedra pomes e branco de espanha Herjos, Vigodent S.A Indústria e Comércio, Rio de Janeiro/RJ.

Ácido peracético da marca comercial Sterilife® (Lifemed Produtos Médicos Comércio Ltda, São Paulo, SP).

Mufla de fibrocerâmica da marca comercial Artigos Odontológicos Clássico Ltda, São Paulo/SP. Mufla é o termo empregado em Odontologia para designar um recipiente usado para a inclusão de resina acrílica que será polimerizada.

Dessecador, contendo sílica gel azul desidratada (Labsynth Produtos Para Laboratórios Ltda., Diadema, SP) – usado para secar os corpos de prova.

Calorímetro DSC-4 (Perkin Elmer, Beaconsfield, England) – usado para determinar a temperatura de transição vítrea.

DMA – Q 800 (TA Instruments) – usado para determinar a Tg e outras transições, bem como o módulo elástico, módulo de perda e a tangente de perda.

MICROMET® (Bueller, Germany) – usado para determinar a microdureza Knoop.

Equipamento usado na microespectroscopia Raman foi um Laser HeNe (632.8 nm) de 10 mW como fonte de excitação e um sistema de detecção composto por um microscópio da Dilor com um filtro Super Notch Plus (Kaiser Optical Systems Inc.) acoplado. O sinal foi coletado através de um espectrômetro Jobyn-Ivon acoplado a um detector CCD (Charged

Coupled Device) refrigerado a nitrogênio líquido. Um software específico acoplado ao sistema registra o sinal medido.

Analizador da marca CILAS, modelo CILAS 1180, de fabricação francesa utilizado para determinar o tamanho das partículas do pó..

Rugosímetro SJ-201 (*Mitutoyo-Japan*), que fornece os valores de rugosidade denominado R_a em μm , utilizado para determinar a rugosidade.

Microscópio de Força Atômica modelo Nanoscope III – Digital Instruments – utilizado para determinar a topografia da superfície dos corpos de prova.

EMIC (Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda – São José dos Pinhais, PR/Brasil) modelo DL 2000 - máquina usada para determinar resistência à flexão e o módulo de flexão.

EMIC, modelo AIC-1 - máquina usada para resistência ao impacto Izod.

Politriz Buheler (*Germany* - aparelho usado para polimento.

Motor elétrico de 15000 r.p.m. da Promeco (Ind. Eletro Mecânica Ltda) - aparelho usado para fazer desgaste.

Balança analítica de precisão SARTORIUS® da marca comercial Sartorius AG, Goettingen, RFA, com uma resolução de 10^{-5} g - usada para pesar os corpos de prova do ensaio de sorção e solubilidade.

Balança analítica de precisão SAE 2000, Bosch, Germany, com uma resolução de 10^{-4} g - usada no ensaio de determinação da massa específica.

Balança analítica de precisão Metler P 1200, Germany, com uma resolução de 10^{-4} g - usada para pesar o pó e o líquido da resina.

Paquímetro digital Mitutoyo 500 – 144B H05, da Mitutoyo Sul Americana Ltda, com uma resolução de 10^{-2} mm - usado para medir os corpos de prova.

Solução de ácido peracético 0,2% Sterilife® (Lifemed Produtos Médicos Comércio Ltda, São Paulo, SP) utilizada na desinfecção dos corpos de prova.

Forno de microondas da marca comercial LG Eletronics da Amazônia Ltda, modelo MB-315ML *intelloWAVE*, com as seguintes especificações: tensão nominal de 120V/60Hz, potência de saída de 1400 W, frequência de microondas de 2450 MHz, magnetron capaz de emitir ondas nas três dimensões, capacidade interna de 32 L, prato giratório com diâmetro de 28 cm, foi utilizado para o processo de polimerização e desinfecção dos corpos de prova confeccionados com as resinas acrílicas acima mencionadas.

A metodologia utilizada teve como objetivo caracterizar as resinas acrílicas de uso odontológico aqui referidas, bem como avaliar o efeito da irradiação de microondas e a imersão em ácido peracético nas propriedades de resistência ao impacto Izod, resistência à flexão, módulo de flexão, microdureza Knoop, rugosidade, grau de conversão, temperatura de transição vítrea, massa específica e grau de inchamento, sorção e solubilidade, e também avaliar a eficácia das técnicas de desinfecção propostas.

4.2 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Para a obtenção dos corpos de prova retangulares foi utilizada uma matriz de aço inoxidável, com as seguintes dimensões 64,00 x 10,00 x 3,00 ($\pm 0,5$ mm). Para a obtenção dos corpos de prova em forma de disco foi utilizada uma matriz com 50,00 mm ($\pm 0,5$ mm) de diâmetro e 0,5 mm de espessura ($\pm 0,05$ mm). Cada matriz de aço inoxidável foi reproduzida no silicone de adição Adsil®, obtendo-se a matriz em silicone. Esta foi incluída com gesso tipo II (gesso comum), dentro da mufla de fibrocerâmica ou da mufla metálica, dependendo do processo de polimerização da resina, que varia com o tipo de resina acrílica. Após a solidificação do gesso (± 2 horas) a resina foi incluída na matriz de silicone. O preparo da resina foi feito de acordo com as orientações dos respectivos fabricantes, sendo que a proporção pó/líquido foi convertida de medida volumétrica para massa. Após a inclusão da resina, o conjunto mufla e contra-mufla foi fechado e prensado com uma carga de 500 kg, sendo logo após aberto para retirar os excessos de resina. A seguir foi prensado com uma carga de 1000 kg e após 30 minutos foi iniciada a polimerização. A mufla foi levada ao forno de microondas e submetida ao ciclo de polimerização indicado pelo fabricante da resina ou foi polimerizada em banho d'água, dependendo do tipo de resina. Após a polimerização, a mufla foi colocada na bancada de trabalho por quatro horas (para o seu completo resfriamento). Após este tempo, cada corpo de prova, foi retirado da mufla e desgastado com motor elétrico, para remover excessos de resina. O desgaste foi realizado com fresas e pedra montada de óxido de alumínio. A seguir, os corpos de prova foram lixados com lixas d'água nº 280, 400, 600 e 1000. Após este procedimento, os corpos de prova foram medidos com o paquímetro digital: para os retangulares foram realizadas 10 medidas na espessura, 10 medidas na largura e 3 medidas no comprimento, para os discos foram realizadas 8 medidas no diâmetro e 8 medidas na espessura, obtendo-se assim a média destes valores. Este procedimento foi realizado para obter-se uma medida mais uniforme dos corpos de prova. O polimento foi

realizado na politriz utilizando-se material abrasivo de pedra pomes e branco de espanha, a fim de dar lisura e brilho à superfície do material.

Os corpos de prova, respeitando cada tipo de resina acrílica, foram distribuídos aleatoriamente para formar os grupos, controle e experimentais, sendo cada grupo constituído por dez (10) corpos de prova de formato retangular e cinco (5) em forma de disco.

Cabe ressaltar que a obtenção dos corpos de prova com a resina tipo 2 (de autopolimerização) seguiu todos os procedimentos descritos acima, exceto que não foi colocada em mufla e não foi prensada, pois o material se polimeriza na temperatura ambiente.

A seguir são mostradas as Figuras 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 e 15 que ilustram algumas etapas da confecção dos corpos de prova.



Figura 4. Apresentação comercial de uma resina acrílica tipo 5 (líquido e pó)

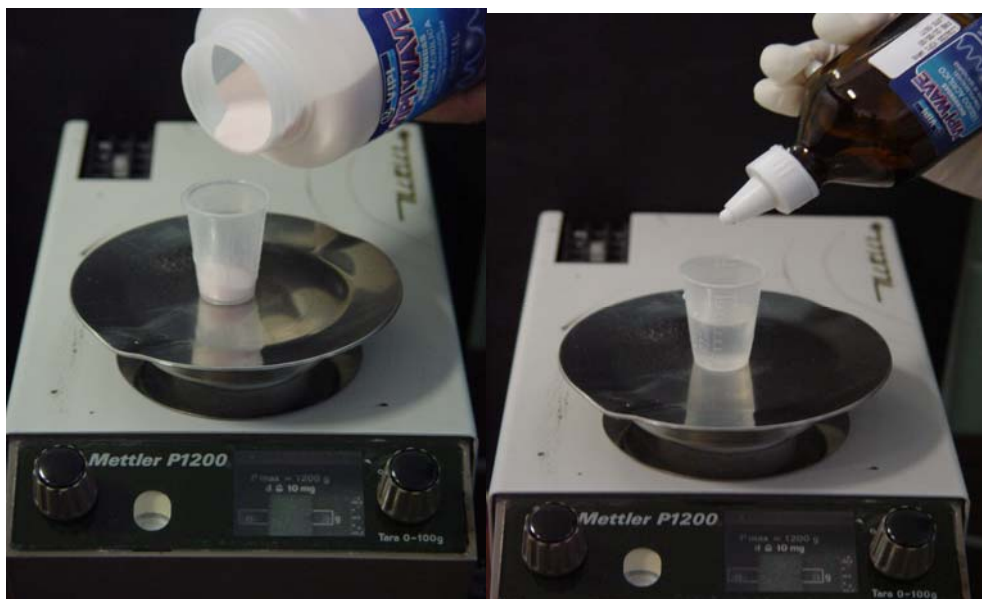


Figura 5. Pesagem do pó e do líquido

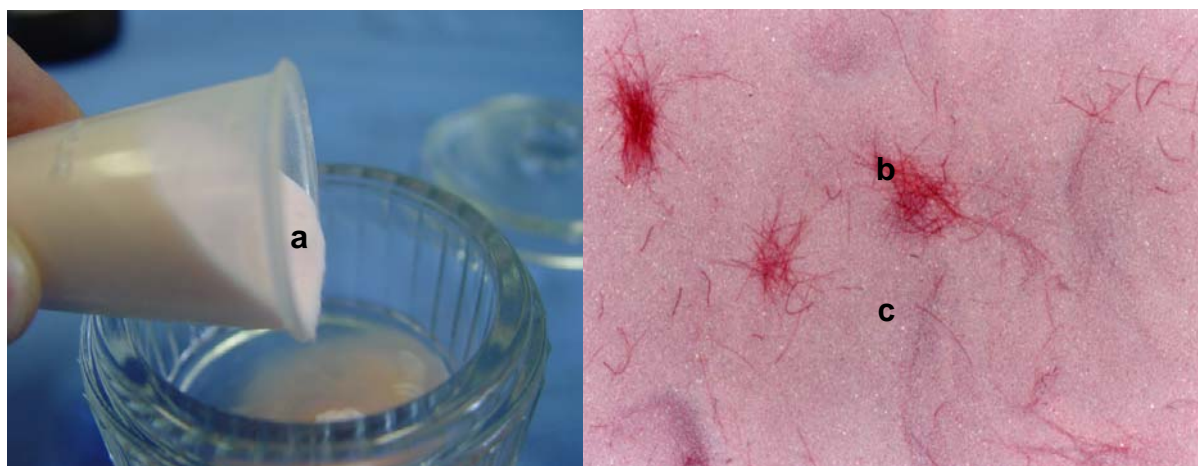


Figura 6. Pó da resina (a) derramado sobre o líquido Fibras de nylon (b) misturadas no pó (c)



Figura 7. Mistura do pó com o líquido



Figura 8. Fase plástica da mistura pó/líquido



Figura 9. Prensagem da mufla contendo no seu interior a resina acrílica



Figura 10. Mufla no forno de microondas para polimerização

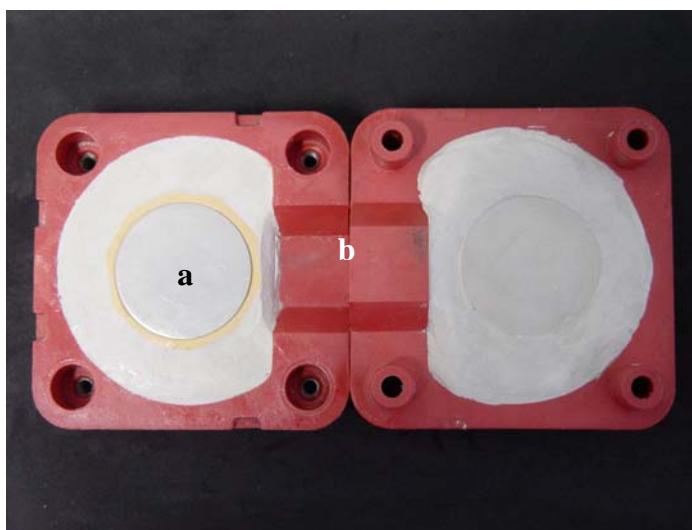


Figura 11. Matriz de aço em forma de disco (a) Mufla de fibrocerâmica (b)

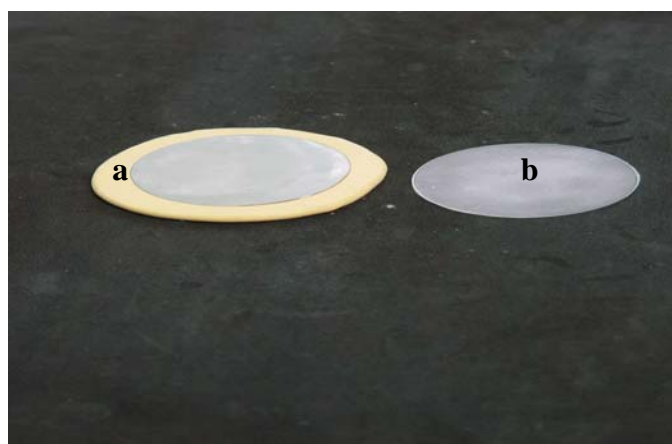


Figura 12. Matriz de silicone em forma de disco (a) corpo de prova de resina (b)



Figura 13. Matriz de aço (a) incluída na matriz de silicone (b)

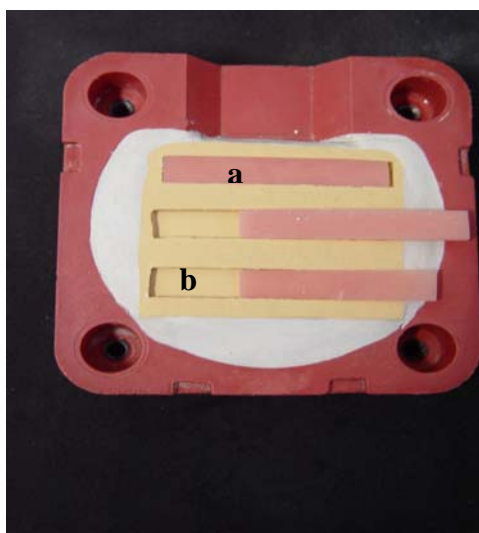


Figura 14. Corpo de prova retangular (a) obtido a partir da matriz de silicone (b)

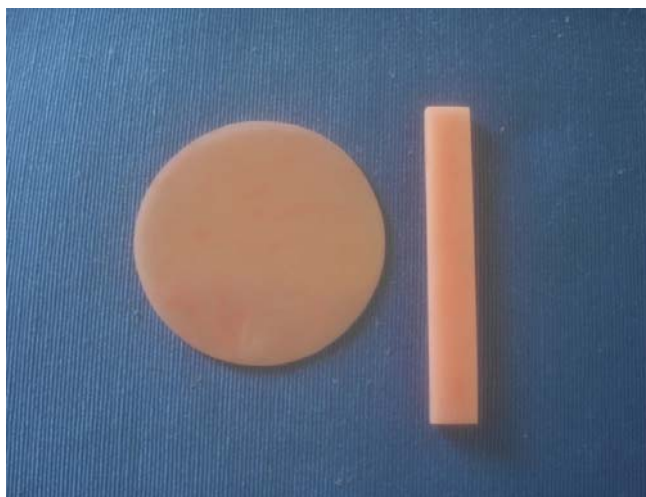


Figura 15. Formato dos corpos de prova usados nos ensaios realizados neste trabalho

4.3 DESINFECÇÃO COM IRRADIAÇÃO DE MICROONDAS

O procedimento de desinfecção com irradiação de microondas foi o mesmo para todos os ensaios. Cada corpo de prova, previamente contaminado com *Candida albicans*, foi individualmente imerso em 50mL de água deionizada, num recipiente de vidro (próprio para microondas). Este foi colocado no interior do forno de microondas, no centro do prato giratório. A seguir foi submetido a uma irradiação de 840 W durante 60 s. Aguardou-se mais 60 s para retirar o recipiente do interior do forno de microondas. O recipiente foi colocado na bancada de trabalho até o completo resfriamento da água (± 30 min). Logo após, cada um dos corpos de prova foram removidos com pinça estéril e lavados por 5 minutos com água destilada estéril. A seguir foram transferidos para frascos estéreis contendo o meio de cultura BHI e incubados em estufa à 37°C durante 24 horas. Após este tempo foram avaliados o meio de cultura e a superfície dos corpos de prova, a fim de se verificar se havia ou não crescimento do fungo. A partir destas informações foi determinada a eficácia do método de desinfecção.

A potência e o tempo usados neste experimento foram os mesmos do trabalho de Banting e Hill.¹⁶

O procedimento de imersão em água foi escolhido baseado nos achados dos pesquisadores Dixon, Breeding e Faler.⁷⁶

A Figura 16 mostra a irradiação de um corpo de prova no forno de microondas.



Figura 16. Irradiação no forno de microondas

4.4 DESINFECÇÃO COM ÁCIDO PERACÉTICO

O ácido peracético Sterilife® (que segundo informações do fabricante em cada 100g do produto tem um mínimo de: 0,2 g de ácido peracético, 3,5 g de peróxido de hidrogênio) foi utilizado para a desinfecção dos corpos de prova. Estes foram previamente contaminados e a seguir colocados imersos em 50 mL desta solução durante 5 minutos (conforme mostra a Figura 17). Logo após, foram removidos com pinça estéril e lavados durante 5 minutos com água destilada estéril. Então foram transferidos para frascos estéreis contendo o meio de cultura BHI e incubados em estufa à 37°C durante 24 horas (para o crescimento do fungo). Após este tempo foram avaliados o meio de cultura e a superfície do corpo de prova, a fim de se verificar se havia ou não crescimento do fungo. A partir destas informações se determinou a eficácia do método de desinfecção.

4.5 ANÁLISE MICROBIOLÓGICA

A eficácia do processo de desinfecção foi avaliada através de ensaios microbiológicos que consistiram em verificar o crescimento do fungo *C. albicans* no meio de cultura e na superfície do corpo de prova e para tal fim foi utilizada a coloração de Gram e a observação com uma lupa Zeitz com aumento de 40 vezes. A contaminação dos corpos de prova foi feita com uma cepa conhecida do fungo obtida da *American Type Culture Collection* (ATCC 10231). O fungo, numa suspensão de 10^{-2} mL, foi semeado em 10 mL do meio de cultura

Brain Heart Infusion (BHI) e incubado junto com os corpos de prova em estufa a 37°C, durante 24 horas, para promover o crescimento do fungo e a contaminação dos corpos de prova. Os corpos de prova, em número de quatro para cada grupo (grupo controle, grupo desinfetado com ácido peracético e grupo desinfetado com microondas) foram avaliados nos três tipos de resinas acrílicas. Os corpos de prova utilizados como controle do ensaio microbiológico foram retirados do meio de cultura contendo o fungo, lavados por 5 minutos em água destilada estéril, e logo após colocados em outros frascos contendo BHI. Estes corpos de prova não foram submetidos à desinfecção. Os demais corpos de prova, previamente contaminados (quatro para cada grupo), foram lavados por 5 minutos em água destilada estéril e a seguir submetidos aos métodos de desinfecção. Após a desinfecção foram colocados em outros tubos de ensaio contendo um novo meio de cultura BHI. Estes meios de cultura contendo os corpos de prova foram incubados a 37°C, durante 24 horas. Após este período de incubação, o crescimento do fungo foi avaliado através da observação da turvação do meio de cultura e do aspecto da transparência do corpo de prova, além da observação com uma lupa Zeis com 40 vezes de aumento e a realização da coloração de Gram.

4.6 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO E MÓDULO DE FLEXÃO

O ensaio de resistência à flexão e módulo de flexão foi realizado de acordo com o item 8.5.1.3 da ISO 1567¹⁹ conforme ilustra a Figura 17. Este ensaio avalia a deflexão dos corpos de prova, após sua imersão em água destilada durante 50 horas \pm 2 horas à temperatura de 37°C. Este ensaio consiste na aplicação de uma carga crescente a partir de zero, com velocidade constante de 5 mm/min (\pm 1 mm/min), no centro do corpo de prova, que se encontra apoiado nas duas extremidades. A carga é aplicada até a ruptura do corpo de prova

O valor da resistência à flexão foi calculado conforme a equação (1)

$$R = [(3fl) / (2bh^2)] \quad (1) \quad \text{em que}$$

f é a carga máxima aplicada no corpo de prova, em N

l é a distância entre os suportes do corpo de prova, em mm

b é a largura do corpo de prova, medida antes da armazenagem na água, em mm

h é a altura do corpo de prova, medida antes da armazenagem em água, em mm

O valor da resistência à flexão será expresso em MPa

O módulo de flexão é calculado de acordo com a equação (2)

$$E = [(fl^3) / (4bh^3d)] \quad (2) \quad \text{em que:}$$

f é a carga aplicada em N

d é a deflexão causada pela carga f em mm

l, b, h são as variáveis definidas na equação 1.

O valor do módulo de flexão foi expresso em MPa

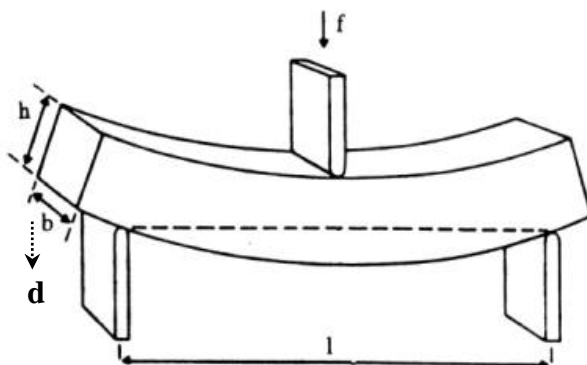


Figura 17. Esquema representativo do ensaio de resistência à flexão

4.7 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA MICRODUREZA KNOOP

O microdurômetro MICROMET® (Bueller, Germany) mostrado na Figura 18a, foi usado para determinar a microdureza Knoop. Os valores de microdureza foram obtidos através de cinco medidas realizadas na superfície de cada um dos corpos de prova, uma no centro e as outras distantes 100µm do centro.

O valor de microdureza Knoop (KHN) foi obtido através da medida da diagonal maior (d) de uma penetração losangular, deixada pelo penetrador de diamante de formato piramidal, conforme ilustra a Figura 18b e c. O valor da diagonal foi medido em µm, a partir de uma escala na ocular do microscópio. A carga aplicada (c) foi de 25 g durante 10 s. O cálculo da microdureza Knoop foi realizado de acordo com a equação 3:

$$KHN = [(14228 c) / (d^2)] \quad (3) \quad \text{em que:}$$

14228 é o valor de uma constante

c é a carga aplicada em gramas

d é a diagonal maior deixada pela penetração em µm

O valor da microdureza Knoop foi expresso em número absoluto.

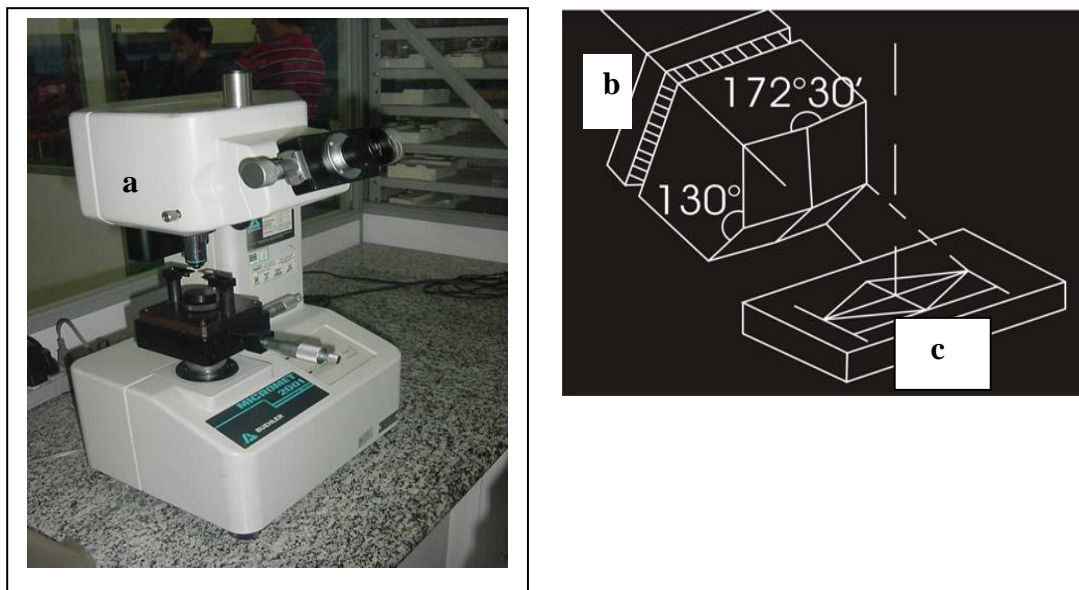


Figura 18. **a** - Micromet **b** – esquema representativo da ponta de diamante que faz a penetração no cp **c** – esquema representativo da marca que é observada no cp

4.8 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO MONÔMERO/POLÍMERO

O grau de conversão do monômero foi analisado através de microespectroscopia Raman, pelo modo de retro-espalhamento. A fundamentação teórica da espectroscopia Raman está descrita na literatura⁷⁷. As áreas nos espectros Raman foram calculadas no software XRDA, considerando-se uma curva Lorentziana. O percentual de duplas ligações entre átomos de carbono não reagidos (% C=C) foi determinado considerando-se as áreas dos picos Raman correspondentes às ligações C=C (1650 cm^{-1})⁷⁸ e ligações C=O (1750 cm^{-1})⁷⁹ no monômero (material líquido) e no polímero (material sólido). A relação destas áreas no monômero foi utilizada como referência. A partir da determinação do monômero não reagido, presente no material sólido, fez-se o cálculo do grau de conversão monômero/polímero de acordo com a equação (4)

$$\text{Conversão} = 100 - \left[\frac{\left(\frac{A_{C=C}}{A_{C=O}} \right)_{\text{polímero}}}{\left(\frac{A_{C=C}}{A_{C=O}} \right)_{\text{monomero}}} \right] \times 100 \quad (4) \text{ em que:}$$

A = área da banda

4.9 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA (T_g)

O calorímetro DSC-4 (Perkin Elmer, Beaconsfield, England) foi usado para determinar a temperatura de transição vítrea (T_g) em °C, que foi avaliada através do método termoanalítico denominado Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). O DSC é uma técnica que avalia a diferença de fluxo de calor entre a amostra e uma referência em função da temperatura do sistema, à medida que a amostra é aquecida ou resfriada, a uma taxa constante. A T_g pode prever o comportamento de um material em uma determinada temperatura, visto que nesta temperatura existe uma mobilidade dos segmentos da cadeia polimérica e o material passa do estado vítreo para o estado elástico, sem ocorrência de uma mudança estrutural. Abaixo desta temperatura (T_g), o material não tem energia suficiente para permitir o deslocamento de segmentos da cadeia e apresenta-se duro, rígido e quebradiço²¹.

Para esta análise as amostras, com aproximadamente 10 mg, foram inseridas em cápsulas de alumínio e submetidas a uma variação de temperatura de 50°C até 190°C, numa taxa de aquecimento de 10°C ou 20°C por minuto, sendo que a T_g foi determinada no segundo ciclo de aquecimento.

4.10 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO IMPACTO IZOD

A resistência ao impacto Izod foi determinada no equipamento EMIC, modelo AIC-1 conforme ilustra a Figura 19. O ensaio foi realizado conforme as especificações da ASTM D256 – *American Society T20est Methods* – Izod Impact modificada⁸⁰, pois não foi feito entalhe nos corpos de prova. Os corpos de prova com 64,00 x 10,00 x 3,00 mm (± 0,5 mm) foram distribuídos aleatoriamente para formar o grupo controle e os grupos experimentais, com 10 corpos de prova cada um.

A resistência ao impacto Izod mede a energia necessária para quebrar um corpo de prova de forma retangular. Um pêndulo de massa conhecida é deixado cair de uma altura também conhecida (hm), até seu ponto mais baixo de balanço, onde se encontra fixado o corpo de prova, que é golpeado pelo pêndulo. A energia provocada por este golpe é a energia de impacto (E_s). Esta energia é mostrada diretamente na escala do aparelho de impacto e não corresponde exatamente à energia absorvida pelo corpo de prova durante a sua fratura, pois existem forças que realizam um trabalho oposto ao realizado pela força gravitacional

(resistência do ar, por exemplo), devendo-se descontar a energia referente a estas perdas, para ter-se efetivamente a energia absorvida durante a fratura do corpo de prova. Para isso, com o ponteiro de arrasto em sua posição inicial normal, o martelo é liberado, porém sem um corpo de prova fixado ao aparelho, e a energia, em joules (J) é anotada (E_a). A seguir, sem retornar o ponteiro, o pêndulo é liberado novamente, sendo este procedimento repetido até que não haver mais acréscimo de posição ao ponteiro, sendo esta a leitura final (E_b).

Após o procedimento anterior, o corpo de prova é posicionado de forma vertical em relação à base do equipamento e o pêndulo com o martelo é liberado para atingir o corpo de prova conforme ilustra a Figura 20, sendo então registrado o valor de energia utilizado para romper o mesmo (E_s).

Inicialmente é calculado o ângulo máximo final atingido pelo pêndulo em uma oscilação livre ($\beta_{\text{máx}}$), em graus, de acordo com a equação 5.

$$\beta_{\text{máx}} = \arccos \{ [1 - (h_m / L)] [1 - (E_a / E_m)] \} \quad (5) \quad \text{em que:}$$

$h_m = 0,610$ m é a altura do pêndulo

$E_m = 2,70$ J é a energia do pêndulo utilizado no ensaio

$L = 0,327$ m é o comprimento do braço que sustenta o pêndulo

O ângulo atingido pelo pêndulo, após a quebra do corpo de prova, (β), em graus, é calculado de acordo com a equação 6.

$$\beta = \arccos \{ [1 - (h_m / L)] [1 - (E_s / E_m)] \} \quad (6) \quad \text{em que:}$$

$L = 0,327$ m é o comprimento do braço que sustenta o pêndulo

E_s = a energia que determina a quebra do corpo de prova

$E_m = 2,70$ J é a energia do pêndulo utilizado no ensaio

Para o cálculo da correção total de energia (E_t - energia referente às perdas), utiliza-se a equação 7.

$$E_t = \{ [(E_a - E_b / 2) / \beta_{\text{máx}}] [\beta + (E_b / 2)] \} \quad (7)$$

Para o cálculo da resistência ao impacto real do corpo de prova ensaiado (I_s), em joules por metro (J/m) é utilizada a equação 8.

$$I_s = [(E_s - E_t) / t] \quad (8) \quad \text{em que:}$$

t é a espessura do corpo de prova, em metros.



Figura 19. Máquina EMIC – A 1 C para Resistência ao Impacto Izod
a - ponteiro de arrasto **b** - pêndulo **c** - martelo com 2,7 J

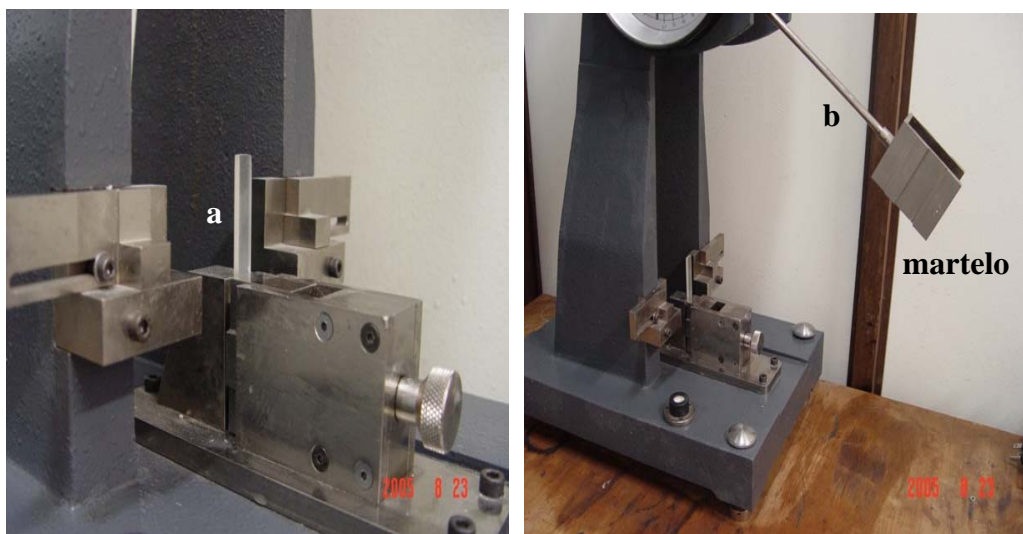


Figura 20. **a** - Posição do cp na base da máquina EMIC – A1 C
b - Pêndulo com o martelo de 2,7 J no momento da queda

4.11 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA SORÇÃO

O ensaio de sorção foi realizado de acordo com o item 8.8.4.1 da ISO 1567.¹⁹ Este ensaio avalia o ganho em massa dos corpos de prova (em forma de disco com $50,00 \pm 0,50$ mm de diâmetro e $0,5 \pm 0,05$ mm de espessura). O aumento de massa deve ser no máximo de

32 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ (microgramas por milímetro cúbico), após sua imersão em água destilada por sete dias. Para a obtenção de massa constante em cada amostra, denominada M_1 (massa seca inicial), os corpos de prova foram colocados num dessecador contendo sílica gel misturada com escamas de cloreto de cálcio conforme ilustra a Figura 21. O dessecador foi colocado numa estufa durante 24 horas à 37°C. Após este tempo, o dessecador foi removido da estufa e mantido à temperatura ambiente durante uma hora, e só então foi realizada a medida da massa dos corpos de prova. Esta foi repetida até que a perda de massa de cada corpo de prova não fosse maior que 0,0002 g em qualquer período de 24 horas, obtendo-se desta forma a massa constante (M_1). O volume (V) foi calculado para cada corpo de prova de acordo com a equação 9:

$$V = [\pi r^2 t] \quad (9) \quad \text{em que:}$$

V é o volume do corpo de prova em mm^3

r é o raio de cada corpo de prova em mm

t é a espessura do corpo de prova em mm

Para a obtenção do raio (r) foi utilizada a média de quatro medidas do diâmetro divididas por dois. Para a obtenção da espessura foi utilizada a média de cinco medidas, uma no centro e as outras quatro em pontos equidistantes do centro, ao longo da circunferência. Estas medidas foram obtidas com um paquímetro digital. A seguir, os corpos foram imersos, individualmente, em 50 mL de água deionizada e mantidos à 37°C durante sete dias consecutivos. Após este tempo, as amostras foram removidas da água e secas em toalha de papel absorvente até que não apresentassem umidade visível na superfície e agitadas no ar durante 15 segundos. Após um minuto foram pesadas para a obtenção da massa, denominada M_2 (massa inchada).

Os corpos de prova foram então recondicionados à massa constante e para tal fim foram colocados no dessecador que foi guardado numa estufa em temperatura de 37°C. As medidas da massa foram realizadas conforme já descrito anteriormente, até obter-se uma massa constante, chamada M_3 (massa seca final).

O valor da sorção foi calculado através da equação (10):

$$\text{Sorção} = [(M_2 - M_3) / V] \quad (10) \quad \text{em que:}$$

M_2 é a massa do corpo de prova inchado ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)

M_3 é a massa recondicionada do corpo de prova ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)

V é o volume do disco (mm^3) calculado conforme (9).

O valor da sorção foi expresso em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$

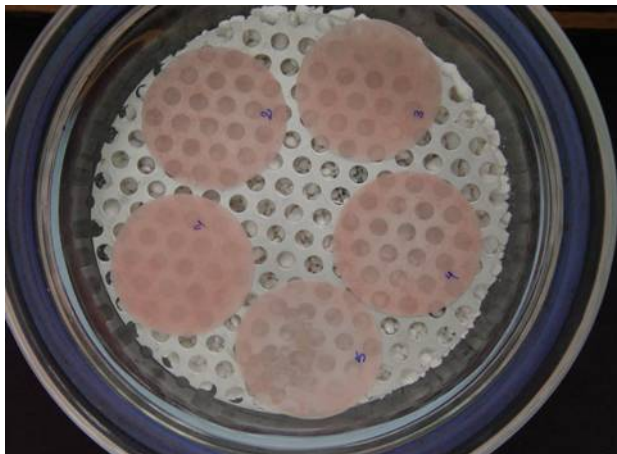


Figura 21. Corpos de prova do ensaio de sorção e solubilidade no dessecador

4.12 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA SOLUBILIDADE

O ensaio de solubilidade foi realizado de acordo com o item 8.8.4.3 da ISO 1567.¹⁹ Este ensaio foi feito em seqüência ao ensaio de sorção, de tal forma que após a obtenção da massa M_2 , do ensaio anterior, os corpos de prova foram recondicionados à massa constante, para a obtenção da massa M_3 , conforme descrito no ensaio anterior. Este ensaio avalia a perda de massa dos corpos de prova (que deve ser no máximo $1,6 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ para as resinas tipo 1 e 5 e de $8 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ para a resina tipo 2), após sua imersão em água, durante sete dias, e o recondicionamento a um valor de massa constante.

O valor da solubilidade foi calculado conforme a equação (11)

Solubilidade = $[(M_1 - M_3) / V]$ (11) em que:

M_1 é a massa antes da imersão em água ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)

M_3 é a massa recondicionada ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)

V é o volume do disco (mm^3), calculado conforme (9)

O valor da solubilidade foi expresso em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$

4.13 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA

Para a determinação da massa específica foi utilizada a balança analítica de precisão SAE 2000, Bosch, Germany, com uma resolução de 10^{-4} g conforme ilustra a Figura 22.

A massa específica (ρ_{amostra}) foi determinada por imersão em um não-solvente (acetato de *n*-butila), de acordo com a ASTM 792-91.⁸⁵

Inicialmente foi determinada a massa específica do não-solvente ($\rho_{\text{líquido}}$) com a equação:

$$\rho_{\text{líquido } 23^{\circ}\text{C}} / \rho_{\text{água } 23^{\circ}\text{C}} = (A - B) / m_{10} \quad \text{em que:}$$

$$\rho_{\text{líquido } 23^{\circ}\text{C}} = \text{massa específica do não-solvente a } 23^{\circ}\text{C}$$

$$\rho_{\text{água } 23^{\circ}\text{C}} = \text{massa específica da água a } 23^{\circ}\text{C} \text{ (valor tabelado)}$$

$$A = \text{massa do padrão suspenso no ar}$$

$$B = \text{massa do padrão imerso no líquido}$$

$$m_{10} = \text{massa do volume de } 10,00 \text{ mL de água destilada a } 23^{\circ}\text{C}$$

A seguir foi determinado o volume de líquido deslocado pela amostra com a equação:

$$v_{\text{deslocado}} = (m_s - m_i) / \rho_{\text{líquido}} \quad \text{em que:}$$

$$m_s = \text{massa da amostra suspensa no ar}$$

$$m_i = \text{massa da amostra imersa no líquido}$$

$$\rho_{\text{líquido}} = \text{massa específica do não-solvente}$$

Com o valor do volume de líquido deslocado pode-se determinar a massa do líquido deslocado com a equação:

$$m = v_{\text{deslocado}} \cdot \rho_{\text{água } 23^{\circ}\text{C}}$$

Com o valor da massa do líquido deslocado pode-se determinar a massa específica da amostra (ρ_{amostra}) com a equação:

$$\rho_{\text{líquido } 23^{\circ}\text{C}} / \rho_{\text{água } 23^{\circ}\text{C}} = [(m_s - m_a) / m_{\text{amostra}}] \quad \text{em que:}$$

$$\rho_{\text{líquido } 23^{\circ}\text{C}} = \text{massa específica do não-solvente a } 23^{\circ}\text{C}$$

$$\rho_{\text{água } 23^{\circ}\text{C}} = \text{massa específica da água a } 23^{\circ}\text{C}$$

$$m_s = \text{massa da amostra suspensa no ar}$$

$$m_a = \text{massa do recipiente perfurado que é usado para colocar a amostra}$$



Figura 22. Balança usada no ensaio de determinação da massa específica
a - Posição do cp suspenso no ar **b** - Posição do cp dentro do recipiente que é imerso no líquido **c** – Béquer com o líquido dentro do qual o cp é imerso.

4.14 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DO GRAU DE INCHAMENTO

O grau de inchamento foi realizado após a determinação da massa específica dos corpos de prova. Para cada grupo foram analisados 5 corpos de prova com no mínimo um centímetro cúbico. Os corpos de prova foram colocados na balança para a determinação da massa seca inicial. A seguir, cada corpo de prova foi colocado em recipiente de vidro contendo 10 mL de água deionizada e armazenado em estufa na temperatura de 37°C. Após 7 dias os corpos de prova foram removidos do recipiente, secos com papel toalha e a seguir levados para a balança para se determinar a massa inchada. Logo após foram colocados em estufa a 37°C até que houvesse estabilidade da massa seca final.

A fração solúvel do polímero contida em cada corpo de prova (ω_s) foi calculada pela equação:

$$\omega_s = (\omega_1 - \omega_3) / \omega_1 \quad \text{em que:}$$

ω_1 = massa seca inicial (antes da imersão em água deionizada)

ω_3 = massa seca final (depois da imersão em água deionizada)

ω_3 = diferença das massas antes e depois da extração do solvente (água deionizada)

A fração volumétrica do polímero, que foi inchada em cada corpo de prova, foi calculada pela equação:

$$\Phi = [(\omega_3/\rho_3) / (\omega_3/\rho_3 + \omega/\rho)] \quad \text{em que:}$$

ω_3 = massa seca final do corpo de prova

ρ_3 = massa específica do corpo de prova

$\omega = (\omega_2 - \omega_3)$ = massa do solvente(água deionizada) absorvida pelo polímero

ω_2 = massa inchada de cada corpo de prova

ρ = massa específica do solvente (água deionizada)

O grau de inchamento foi calculado pelo inverso da fração volumétrica do polímero que foi inchada em cada corpo de prova.

$$\text{Grau de inchamento} = 1/\Phi$$

4.15 DETERMINAÇÃO DO TAMANHO DA PARTÍCULA DO PÓ

A técnica utilizada para tal fim é chamada usualmente "análise de distribuição de tamanho de partículas por difração de laser". O analisador utilizado foi da marca CILAS, modelo CILAS 1180, de fabricação francesa, que possui faixa analítica de 0,04 μm à 2500 μm , 64 detectores, 100 classificações de tamanho de partículas, três emissores de laser e uma câmera com Transformada de Fourier para a análise das partículas maiores. O pó é misturado com água e com a utilização de ultra-som esta mistura é dispersa passando por janelas que identificam o diâmetro da partícula.

4.16 ANÁLISE DA RUGOSIDADE COM MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA

A microscopia de força atômica é uma técnica excelente para verificar a topografia da superfície da amostra. Nessa técnica, devido à proximidade da ponta da sonda (tip) com a superfície da amostra, os elétrons são impulsionados entre os átomos da superfície da amostra, determinando uma força que pode ser mensurada. O resultado da força medida nessa

interação é transformado e fornece o contorno da superfície da amostra analisada em nm (nanômetros). O parâmetro utilizado foi o Ra.

De cada grupo foi selecionado um corpo de prova e deste foram analisados três campos numa superfície de 100 μm x 100 μm . A análise foi feita com o Nanoscope - modelo III a (Digital Instruments Inc.), no modo de contato intermitente Tapping ModeTM, com o objetivo de verificar a topografia da superfície do material.

A superfície do material foi limpa com acetona com o objetivo de eliminar contaminantes. A sonda utilizada foi uma ponta (tip) de silício monocristalino, que ao interagir com os átomos da superfície do material determina uma deflexão na haste (cantilever) que a sustenta, conforme a força que se estabelece entre o material e a ponta. Esta deflexão é detectada através de um sistema óptico composto por um laser semiconductor e um arranjo de fotodiodos por CCD. As varreduras foram realizadas num scanner com varredura horizontal de 1 a 15 μm e deslocamento vertical de até 3 μm . A amplitude de oscilação da sonda foi fixada com um sinal de aproximadamente 3 Volts. Todos os corpos de prova, que foram para a Microscopia de Força Atômica, previamente foram também avaliados com o rugosímetro digital.

4.17 ANÁLISE DA RUGOSIDADE COM RUGOSÍMETRO DIGITAL

A análise foi realizada com o Rugosímetro SJ-201 (*Mitutoyo-Japan*).

O rugosímetro contém um sensor, que ao percorrer a superfície do material atribui valores, que definem picos e vales presentes nesta superfície. O valor atribuído à área de picos e vales é dividido pela distância percorrida pelo sensor em linha reta fornecendo o parâmetro de rugosidade R_a em μm . O aparelho fornece a média de três percursos de 0,25 μm conforme ilustra a Figura 23.

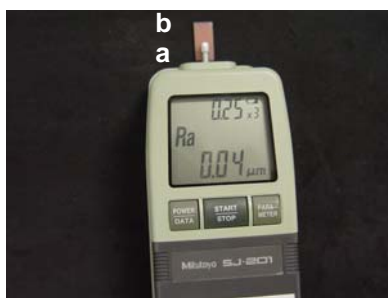


Figura 23. Sensor do rugosímetro (a) percorrendo a superfície do corpo de prova (b)

4.18 ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA (DMA)

A análise dinâmico-mecânica consiste, de modo geral, em se aplicar uma tensão ou deformação mecânica oscilatória, normalmente senoidal, de baixa amplitude a um sólido ou líquido viscoso, medindo-se a deformação sofrida por este ou a tensão resultante, respectivamente, sob variação de frequência ou de temperatura. Este tipo de análise serve para caracterizar os materiais quando estes são submetidos à ação de forças dinâmicas. Esta análise foi realizada no equipamento DMA-Q800 (TA instruments), com cantilever simples. Os corpos de prova usados nesta análise tinham 30,00 mm x 10,00 mm x 3,00 mm (+ 0,5 mm) e a T_g foi determinada no primeiro ciclo de aquecimento.

A temperatura de transição vítrea (T_g) é uma das características mais importantes dos materiais poliméricos, pois influencia diretamente as propriedades destes materiais. A T_g é a principal relaxação do material e é denominada relaxação primária (alfa), sendo que as relaxações secundárias são denominadas consecutivamente beta, gama, delta, etc

Neste tipo de análise são mostrados o módulo de armazenamento ou elástico (E'), o módulo de perda (E'') e a tangente de perda (tan δ) .

O módulo elástico está relacionado com a resistência à deformação reversível que é oferecida pelo material quando este é submetido a uma força. O módulo de perda corresponde à energia dissipada, na forma de calor (movimentos moleculares), durante a deformação.

A razão entre o módulo de perda e o módulo elástico em um ciclo dinâmico é chamada de tangente de perda, obtida pela equação:

$$\tan \delta = E''/E'$$

Esta análise é muito sensível às relaxações (ou movimentos) que ocorrem no nível molecular, sendo capaz de detectar não só movimentos significativos como a T_g, mas também movimentos discretos, conhecidos como transições secundárias.

5 EXPERIMENTOS

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS RESINAS ACRÍLICAS DE USO ODONTOLÓGICO

5.1.1 Introdução

A resina acrílica vem sendo usada na Odontologia para várias finalidades, pois apesar de apresentar desvantagens, ainda é um material de fácil manuseio, baixo custo e biocompatível.¹⁷⁻¹⁸ Geralmente é usada na confecção de próteses, dentes artificiais, facetas, reembasamentos de próteses, reparos, moldeiras, aparelhos ortodônticos, placas mio-relaxantes, etc.¹⁸

A resina acrílica também pode ser empregada na confecção de prótese bucomaxilofacial para a reconstrução de perdas ósseas ou de tecidos moles da face.⁸²

A resina acrílica de termopolimerização apresenta algumas vantagens, tais como: facilidade de processamento, características estéticas, estabilidade dimensional, boa tolerância pelos tecidos de suporte, não ser corrosiva, ter elevada resistência ao impacto e ser material de baixo custo.⁸³

A resina acrílica, com base no poli(metacrilato de metila) é utilizada em 95% das próteses e em 60% dos dentes artificiais destas próteses.¹⁷

5.1.2 Objetivo

O objetivo desta etapa do trabalho foi caracterizar as resinas acrílicas de termopolimerização (rosa médio com fibras), de autopolimerização (rosa médio) e de polimerização com energia de microondas (rosa médio com fibras). Para tal fim foram analisadas as seguintes propriedades:

- a) resistência ao impacto Izod;
- b) microdureza Knoop;
- c) sorção e solubilidade;
- d) temperatura de transição vítrea por DSC e DMA;
- e) massa específica e grau de inchamento;
- f) grau de conversão monômero/polímero.

Das resinas acrílicas das marcas comerciais Artigos Odontológicos Clássico Ltda e Dental Vipi Ltda.

5.1.3 Considerações gerais

As resinas de termopolimerização e de microondas, na cor rosa médio contendo fibras de *nylon*, foram escolhidas, por serem as mais utilizadas para a confecção de bases de dentaduras. No Quadro 1 são apresentadas as resinas acrílicas utilizadas nesta etapa do trabalho.

Quadro 1. Resinas acrílicas avaliadas neste trabalho

Resina	Clássico Ltda	Dental Vipi Ltda
Tipo 1	Clássico – C1	Vipi Cril –D1
Tipo 2	Jet – C2	Vipi Flash – D2
Tipo 5	Onda Cryl – C5	Vipi Wave – D5

5.1.4 Materiais e métodos

Os materiais e métodos são aqueles descritos no item 4 (página 42), com exceção dos subitens 4.3, 4.4, 4.5, 4.16, 4.17 e 4.18.

5.1.5 Resultados e discussão

Na Tabela I são apresentados os valores dos diâmetros das partículas que constituem o pó das resinas acrílicas do tipo 1, 2 e 5 da marca comercial Clássico Ltda.

Tabela I. Diâmetro, em μm , das partículas do pó que constituem as resinas acrílicas da marca comercial Clássico Ltda

Resina	Até 10% das partículas	Até 50% das partículas	Até 90% das partículas	Média do diâmetro
C1	50	74	102	74
C2	18	46	73	46
C5	33	66	100	66

Na Tabela II são apresentados os valores dos diâmetros das partículas que constituem o pó das resinas acrílicas do tipo 1, 2 e 5 da marca comercial Dental Vipi Ltda.

Tabela II. Diâmetro, em μm , das partículas do pó que constituem as resinas acrílicas da marca comercial Dental Vipi Ltda

Resina	Até 10% das partículas	Até 50% das partículas	Até 90% das partículas	Média do diâmetro
D1	38	63	94	64
D2	20	45	71	48
D5	36	62	93	62

O tamanho das partículas foi semelhante nas duas marcas comerciais, para as resinas tipo 2 e 5. Já a resina tipo 1 da marca Clássico apresentou valores médios maiores que aqueles encontrados no mesmo tipo da marca Dental Vipi. O tamanho de partícula maior da C1 pode aumentar o tempo de solubilização do pó no líquido e isto determinar um tempo maior para o material atingir a fase plástica. Este fato por si só pode determinar uma variação na cinética da reação de polimerização da resina.

Como a resina tipo 2 é polimerizada na temperatura ambiente, um tamanho de partícula menor diminui o tempo de solubilização do pó no líquido determinando uma polimerização mais rápida.

As resinas C1 e D1 são de termopolimerização (tipo 1). As duas foram preparadas e manipuladas de acordo com as recomendações do fabricante. A prensagem ocorreu quando o material se encontrava na fase de massa ou plástica e a polimerização foi realizada numa temperatura de 70°C em banho d'água durante 90 minutos, seguida de mais 60 minutos numa temperatura de 100°C .

As resinas C5 e D5 são resinas formuladas para polimerização em forno de microondas (tipo 5). O preparo e a polimerização destas resinas foram realizados de acordo com a recomendação dos respectivos fabricantes, sendo a C5 prensada na fase fibrosa e a D5 prensada na fase de massa.

O ciclo de polimerização da resina C5 foi de 3 minutos numa potência de 420 W, 4 minutos com o forno desligado (potência 0) e mais 3 minutos numa potência de 840 W.

O ciclo de polimerização da resina D5 foi de 20 minutos numa potência de 140 W seguidos de mais 5 minutos numa potência de 420 W.

As resinas de autopolimerização C2 e D2 (tipo 2) foram preparadas de acordo com as recomendações dos respectivos fabricantes. Estas resinas são manipuladas na fase de massa e se polimerizam na temperatura ambiente em aproximadamente 60 minutos.

Após a polimerização das resinas, o grau de conversão do monômero (metacrilato de metila) no polímero poli(metacrilato de metila) foi determinado através da microespectroscopia Raman de acordo com o procedimento descrito no item 4.8.

A Figura 24 mostra o espectro Raman obtido no líquido (monômero) das resinas acrílicas dos tipos 1, 2 e 5. O espectro Raman do monômero foi usado como referência, pois contém 100% de ligações C=C não reagidas. O modo vibracional desta ligação determina um pico em 1650 cm^{-1} . O modo vibracional da ligação C=O determina um pico em 1750 cm^{-1} . As ligações C=O são usadas como referência interna, pois não são afetadas pelo processo de polimerização, estando presentes tanto no monômero não reagido como no polímero. Estes sinais característicos foram encontrados nos três tipos de resinas.

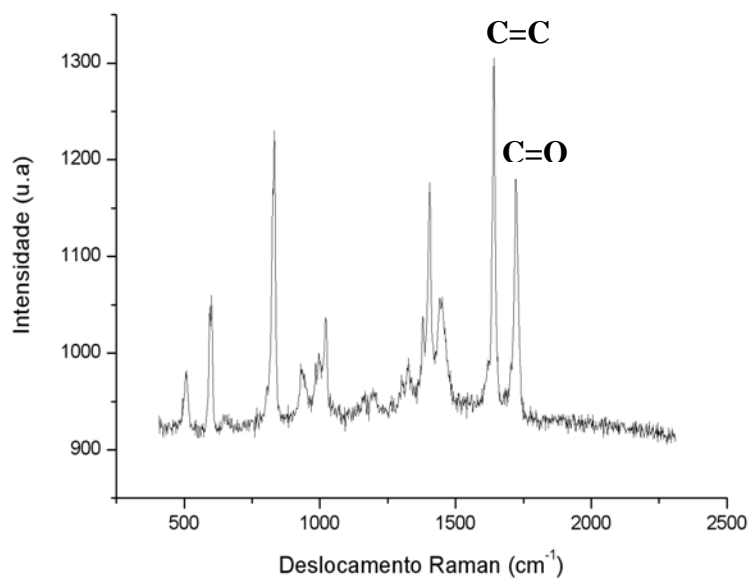


Figura 24. Microespectroscopia Raman típica do líquido das resinas acrílicas tipo 1, 2 e 5

As Figuras 25 e 26 mostram o espectro Raman obtido nas resinas acrílicas tipo 1 e 5 e tipo 2 (respectivamente) após a polimerização do material.

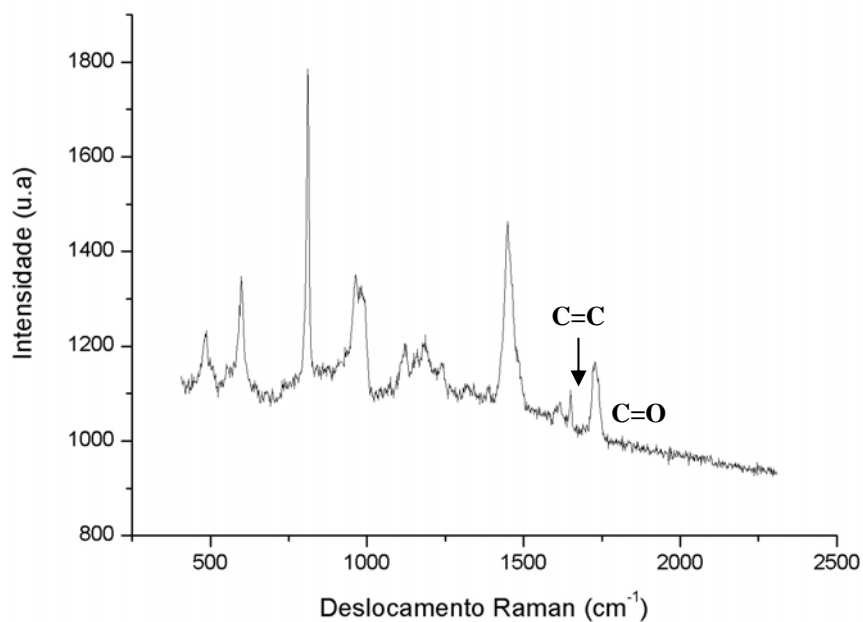


Figura 25. Microespectroscopia Raman típica das resinas acrílicas tipo 1 e 5, após a polimerização

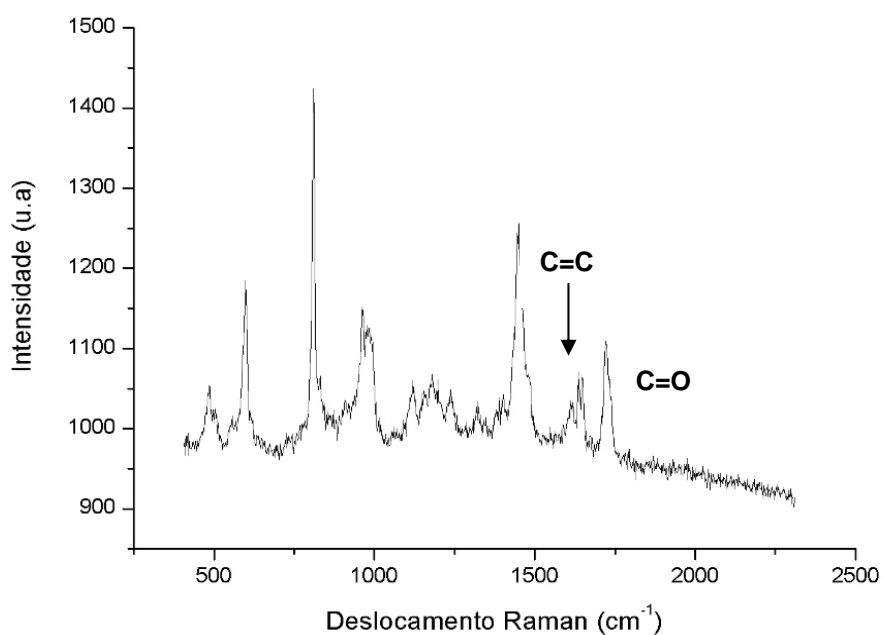


Figura 26. Microespectroscopia Raman típica das resinas acrílicas tipo 2, após a polimerização

Os espectros Raman das Figuras 25 e 26 mostram que houve diminuição da área correspondente às ligações C=C em relação à obtida no líquido (fig. 24). Nas resinas tipo 2 (fig. 26), observa-se que a área correspondente às ligações C=C é maior que a encontrada nas resinas tipo 1 e 5 (fig. 25).

O Quadro 2 mostra, como exemplo, as áreas analisadas para determinação do grau de conversão dos três tipos de resinas acrílicas da marca comercial Clássico Ltda (C1, C2 e C5).

Quadro 2. Áreas das ligações C=C (1650 cm^{-1}) e C=O (1750 cm^{-1}) obtidas no líquido e no polímero

Amostra	Posição Pico Raman (cm^{-1})	Área	Posição Pico Raman (cm^{-1})	Área	Grau de Conversão %
Líquido* C1	1642	2183	1722	1364	0
Polímero C1	1649	443	1726	2048	86
Líquido C2	1642	3980	1724	2858	0
Polímero C2	1651	638	1730	1472	69
Líquido C5	1642	2009	1721	1499	0
Polímero C5	1649	444	1728	2610	87

Amostra líquido* refere-se ao monômero metacrilato de metila.

A Figura 27 ilustra o grau de conversão monômero/polímero em %, obtido através de microespectroscopia Raman, para os três tipos de resinas acrílicas das duas marcas comerciais.

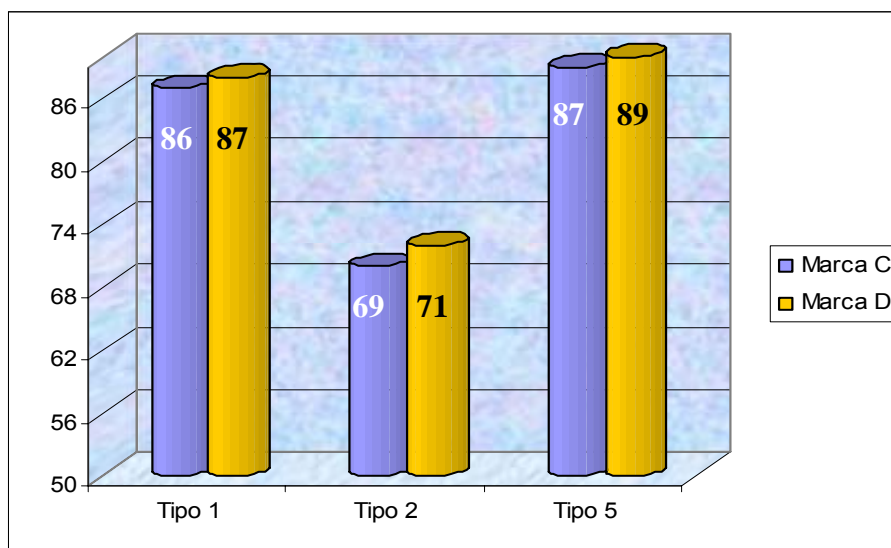


Figura 27. Grau de conversão em % dos três tipos de resinas acrílicas das duas marcas comerciais

As resinas tipo 1 apresentaram grau de conversão semelhante as do tipo 5, mostrando que a energia de microondas é, de acordo com o preconizado pelo fabricante, uma forma

eficiente para conversão do monômero. No processamento das resinas tipo 1 e 5, estas são incluídas em mufla, que recebe uma carga de aproximadamente 10^3 kg, sendo mantidas nesta situação durante a polimerização. A polimerização do tipo 1 é realizada em banho d'água, numa temperatura em torno de 70°C por 3 horas e 100°C durante 1 hora. A polimerização do tipo 5 foi realizada no forno de microondas, sendo de 10 min para a C5 e 25 min para a D5. A potência usada para a polimerização destas resinas também foi diferente, pois para a C5 a potência variou de 420 a 840 W, enquanto que para a D5 a variação foi de 140 a 420 W. Estas diferenças de tempo/potência, bem como a composição do pó (C5 consiste de um copolímero de metacrilato de metila e acrilato de etila, ftalato de butila, peróxido de benzoíla enquanto que a D5 é constituída de polímero de metacrilato de metila, peróxido de benzoíla e pigmentos biocompatíveis) e do líquido, não influenciaram o grau de conversão destas resinas. As resinas tipo 2 apresentaram grau de conversão inferior aqueles encontrados nas tipo 1 e 5, sendo semelhante nas duas marcas comerciais. Esta diferença no grau de conversão deve estar relacionada com a composição, tamanho da partícula do pó, e/ou o processamento deste tipo de resina. Como a reação de polimerização da resina tipo 2 ocorre na temperatura ambiente, num tempo de processamento curto e livre de pressão, isto pode ter interferido no seu grau de conversão, que foi inferior ao das demais resinas. Também, a presença de oxigênio do ar ambiental, pode ter determinado menor conversão do monômero em polímero, pois a afinidade do oxigênio pelos radicais livres do peróxido de benzoíla é muito grande, e esta reação reduz a quantidade de iniciador disponível na reação. Alguns trabalhos⁸⁴⁻⁸⁸ utilizando outros métodos de análise, mostraram que uma quantidade maior de monômero residual foi encontrada na resina quimicamente ativada em comparação com a termoativada. Ainda, foi constatado que o grau de conversão está relacionado com o agente de ativação, sendo que o agente químico determinou menor grau de conversão quando comparado com a ativação térmica.⁸⁵ Outros estudos mostraram que o tipo de ativação das resinas acrílicas pode influenciar suas propriedades físico-mecânicas.^{84,87-90} Ainda foi mostrado que o grau de conversão das resinas acrílicas quimicamente ativadas está relacionado com as propriedades apresentadas pelo material.^{22,85,988,90-94} Em relação à toxicidade do monômero residual sobre diferentes tipos de células, alguns estudos mostraram que houve reação tóxica ou efeitos adversos locais⁹⁵⁻⁹⁹.

Os resultados das propriedades analisadas nas resinas tipo 1, tipo 2 e tipo 5 são apresentados na Tabela III.

Tabela III. Variáveis testadas nas resinas: tipo 1, tipo 2 e tipo 5. Dados expressos como média \pm desvio padrão

Variáveis	Resina tipo 1		Resina tipo 2		Resina tipo 5	
	C1	D1	C2	D2	C5	D5
R Izod (J/m)	99 \pm 10 a	99 \pm 9 a	48 \pm 17 c	57 \pm 10 b	100 \pm 10 a	102 \pm 9 a
Dureza (KHN)	20 \pm 1 a	20 \pm 1 a	13 \pm 1 b	13 \pm 1 b	20 \pm 1 a	20 \pm 1 a
Tg (° C)	104 \pm 1 a	104 \pm 2 a	89 \pm 2 b	89 \pm 2 b	103 \pm 2 a	104 \pm 1 a
ρ (g/cm ³)	1,19 \pm 0 a	1,19 \pm 0 a	1,11 \pm 0 b	1,11 \pm 0 b	1,19 \pm 0 a	1,19 \pm 0 a
1/ ϕ	1 \pm 0 a	1 \pm 0 a	1 \pm 0 a	1 \pm 0 a	1 \pm 0 a	1 \pm 0 a
ω solúvel (g)	4,8x10 ⁻⁴ \pm 0 a	4,8x10 ⁻⁴ \pm 0 a	8,6x10 ⁻⁴ \pm 0 c	7,3x10 ⁻⁴ \pm 0 b	4,8x10 ⁻⁴ \pm 0 a	4,5x10 ⁻⁴ \pm 0 a
Sorção (μ g/mm ³)	25 \pm 1 a	25 \pm 1 a	29 \pm 2 b	30 \pm 2 b	25 \pm 1 a	25 \pm 1 a
Solubil (μ g/mm ³)	0,9 \pm 0,1 a	0,8 \pm 0,1 a	6 \pm 1 c	5 \pm 1 b	0,8 \pm 0,1 a	0,8 \pm 0,1 a

Letras diferentes na mesma linha representam diferença significativa em relação aos grupos, para cada variável assinalada; ANOVA de duas vias, seguida pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, $p < 0,05$.

Os valores obtidos nos ensaios foram submetidos à Análise de Variância de duas vias complementada pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, nível de significância de 5%. Por meio deste teste verifica-se que para a resistência ao impacto Izod houve interação significativa entre marca e tipo, ou seja, a resina C1 apresentou uma média significativamente maior do que C2 mas não difere de C5. Na marca comercial Dental VIPI Ltda a média do tipo 5 (D5) não difere do tipo 1 (D1), mas ambas são significativamente maiores do que o tipo 2 (D2). Na comparação entre as marcas verifica-se que a Dental VIPI Ltda apresenta uma média significativamente maior do que a Clássico Ltda no tipo 2.

Para a microdureza Knoop, a temperatura de transição vítrea e a massa específica verificam-se que não houve interação significativa entre marca e tipo. Quanto aos efeitos principais apenas tipo foi significativo, ou seja, independente da marca o tipo 5 e o tipo 1 apresentam médias significativamente maiores do que o tipo 2.

O ciclo de aquecimento utilizado na análise de DSC foi de 50°C até 190°C com taxa de aquecimento de 20°C por minuto.

A Figura 28 mostra o termograma obtido por meio de DSC de um corpo de prova da resina tipo 2 (amostra 6Q) no primeiro e segundo ciclos de aquecimento. A temperatura de transição vítrea (Tg) representa a mudança do estado vítreo para o estado elástico e é observada no DSC como uma variação da linha de base. Nesta amostra a Tg (assinalada com a seta vermelha) corresponde a temperatura de 86 °C no primeiro ciclo de aquecimento e 90°C no segundo ciclo. A Tg determinada no primeiro aquecimento foi menor que aquela obtida no segundo aquecimento. No termograma do primeiro ciclo observa-se que a linha de base

apresentou uma variação (assinalada pela seta azul) antes da Tg. Esta variação pode estar relacionada com a polimerização de monômeros não reagidos, que estavam presentes no material sólido. Observa-se que esta variação da linha de base (antes da Tg) desapareceu no segundo ciclo de aquecimento. Pode-se concluir que não há mais monômeros presentes no material sólido ou que este tipo de análise não foi sensível para detectar a presença destes monômeros.

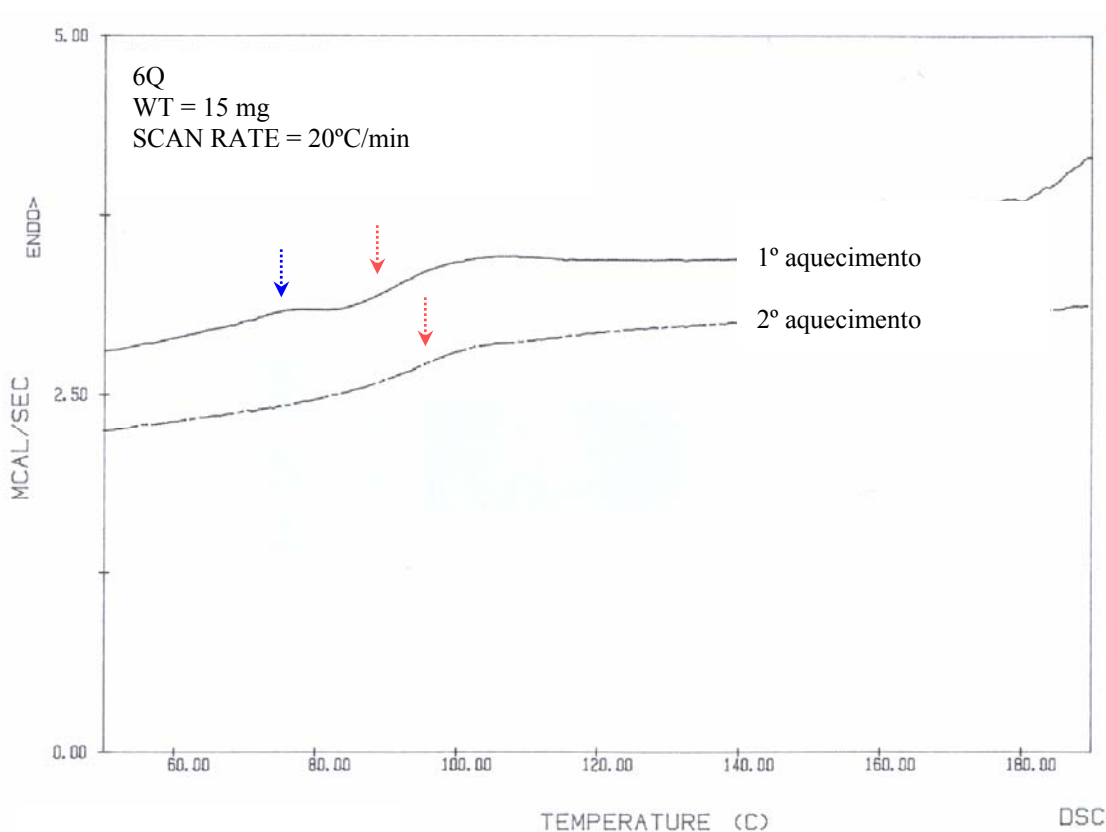


Figura 28. DSC obtido no 1º e 2º aquecimento com Tg de 86°C e 90°C respectivamente

As Figuras 29 e 30 mostram o termograma obtido por meio de DSC do 1º e 2º ciclos de aquecimento de um corpo de prova de resina tipo 5 (amostra 3M) e resina tipo 1 (amostra 5T) respectivamente.

A Tg da amostra 3M determinada no primeiro aquecimento (101°C) foi menor que aquela obtida no segundo aquecimento (104°C). O mesmo comportamento foi detectado na amostra 5T, pois a Tg no primeiro aquecimento foi de 102°C e no segundo de 104°C.

Nestas amostras (3M e 5T) tanto no primeiro como no segundo aquecimento somente a transição correspondente a Tg foi registrada.

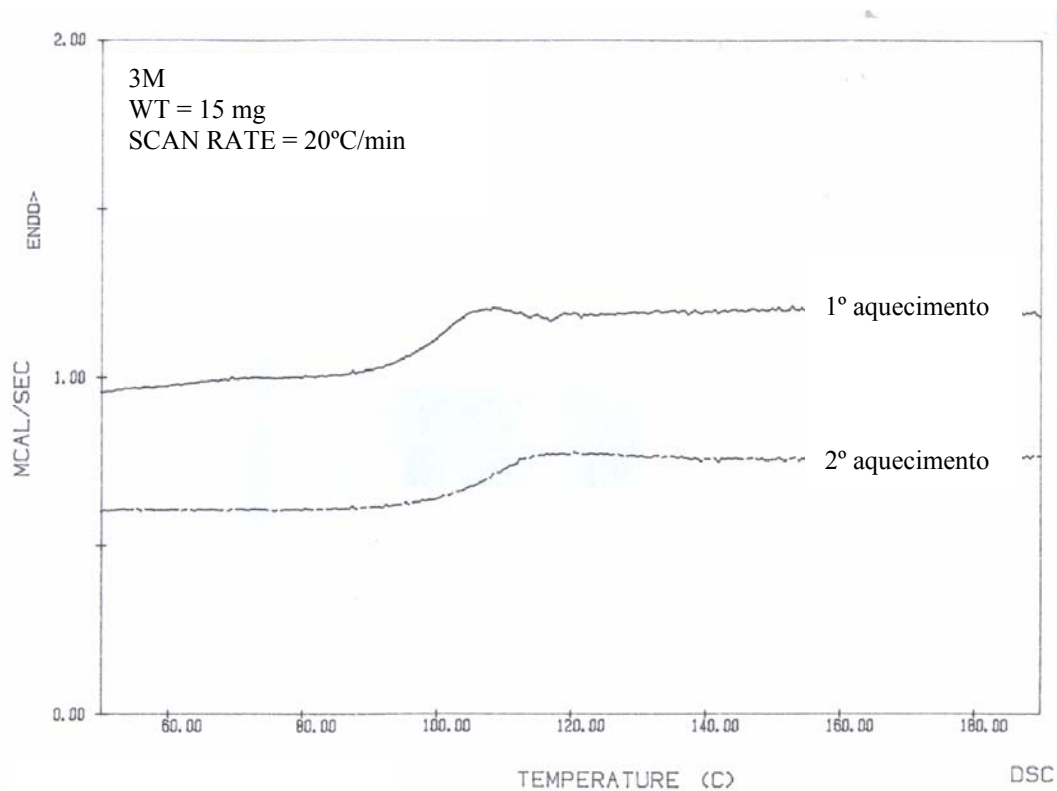


Figura 29. DSC obtido no 1° e 2° com Tg de 101°C e 104°C respectivamente

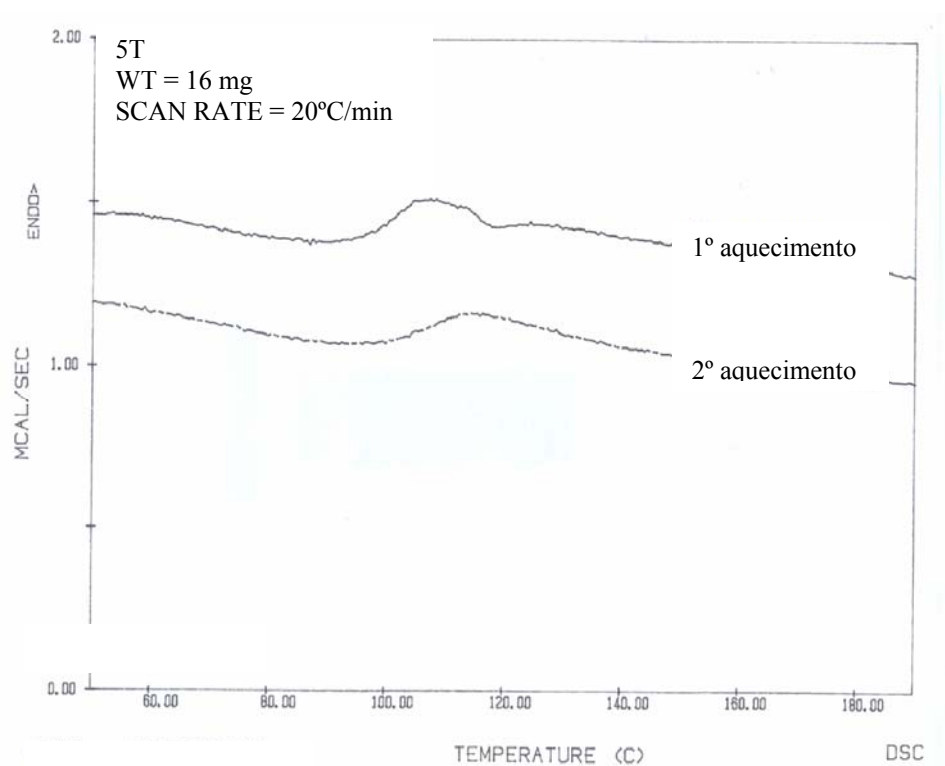


Figura 30. DSC obtido no 1° e 2° aquecimento com Tg de 102°C e 104°C respectivamente

Todas os tipos de resinas apresentaram somente a transição correspondente a Tg no segundo ciclo de aquecimento.

As Figuras 31, 32 e 33 mostram, como exemplo, o termograma obtido por DMA de um corpo de prova da resina tipo 1, tipo 5 e tipo 2, respectivamente. A Tg foi determinada no primeiro aquecimento, que foi de 30°C até 170°C, com taxa de aquecimento de 5°C por minuto e frequência de um hertz, pelo pico máximo da curva do módulo de perda (log E'').

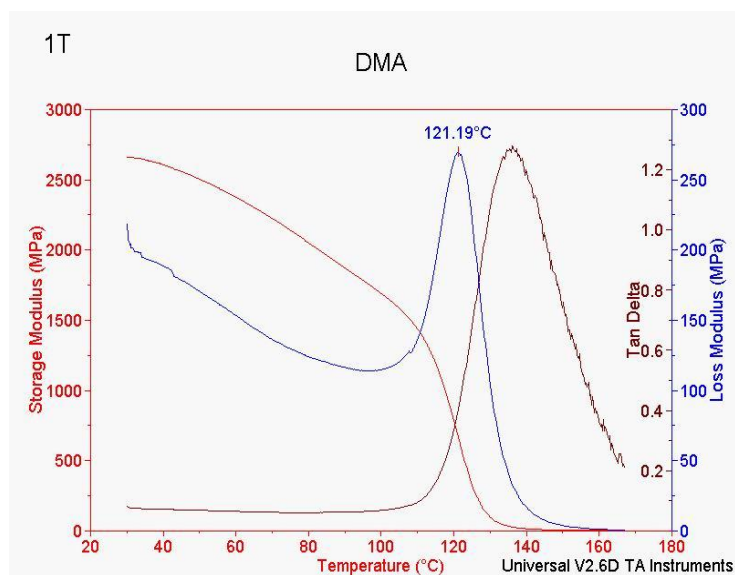


Figura 31. DMA de um corpo de prova de resina tipo 1 com Tg de 121°C

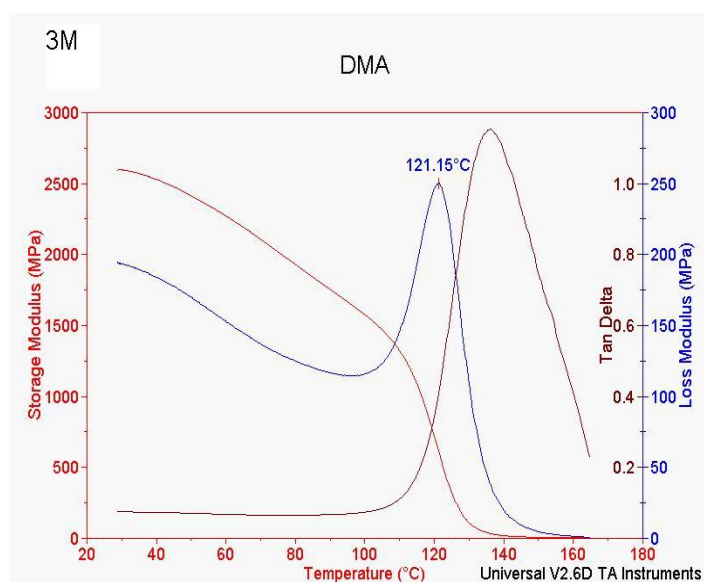


Figura 32. DMA de um corpo de prova de resina tipo 5 com Tg de 121°C

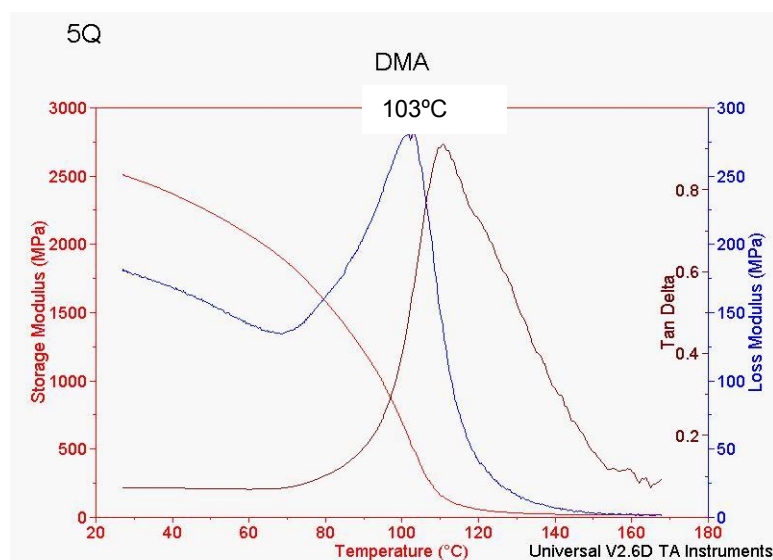


Figura 33. DMA de um corpo de prova de resina tipo 2 com Tg de 103°C

A análise feita por DSC mostra que a Tg das resinas tipo 1 (104°C) e 5 (104°C) são semelhantes enquanto que a do tipo 2 é menor (90°C). A análise por DMA mostra este mesmo comportamento, apesar dos valores de Tg obtidos por DMA serem maiores que aqueles obtidos por DSC. Na análise por DMA a Tg da resina tipo 1 foi de 121°C, a Tg da resina tipo 5 foi de 121°C e a Tg da resina tipo 2 foi de 103°C. Esta diferença de valores encontrados nos dois tipos de análise (DSC e DMA) é devido ao método de obtenção da Tg.

A presença de monômero residual, na resina acrílica, após a sua polimerização, pode agir como um plastificante e determinar uma diminuição na Tg do material.⁹⁰ Um valor baixo de Tg significa que houve menor grau de conversão de ligações duplas (C=C), ou seja, menor grau de conversão monômero/polímero.⁹⁰

Para o inchamento verifica-se que não houve interação significativa entre marca e tipo. Observa-se que as resinas apresentaram baixo grau de inchamento (próximo a um), contudo isto não pode ser considerado com um alto grau de reticulação das resinas, já que a água não é um bom solvente para o poli(metacrilato de metila). Ensaio preliminares de inchamento em solventes orgânicos como THF (tetraidrofurano) e tolueno, bons solventes para PMMA, levaram a solubilização quase total do material, impossibilitando a sua utilização e confirmando o baixo grau de reticulação do material. Entretanto, o ensaio realizado em água é importante tendo em vista que as resinas são materiais base para aparelhos que permanecem no meio bucal, predominantemente aquoso.

Em relação à fração solúvel do material (ω solúvel) verifica-se que independente da marca, o tipo 5 e o tipo 1 apresentam médias significativamente menores do que o tipo 2.

Para a sorção verifica-se que não houve interação significativa entre marca e tipo. Quanto aos efeitos principais apenas tipo foi significativo, ou seja, independente da marca, o tipo 5 e 1 apresentam médias significativamente menores do que no tipo 2.

Para a solubilidade verifica-se que houve interação significativa entre marca e tipo, ou seja, nas marcas Clássico Ltda e Dental VIPI Ltda a média do tipo 5 e 1 não diferem entre si, mas são significativamente menores do que o tipo 2. Na comparação entre as marcas verifica-se que o tipo 2 da Clássico Ltda (C2) apresenta uma média significativamente maior do que o tipo 2 da Dental VIPI Ltda (D2).

5.1.6 Conclusões

Os resultados destes testes mostram que as resinas acrílicas polimerizadas via térmica (tipo 1) e por microondas (tipo 5) apresentaram propriedades que não diferiram estatisticamente entre si.

Como a composição dessas resinas é basicamente a mesma, estes resultados encontram-se dentro do que é esperado. As resinas tipo 2, de ambas as marcas, apresentam propriedades semelhantes entre si e diferem estatisticamente dos outros tipos. Isto pode ser explicado com base na polimerização deste tipo de resina. Como a polimerização ocorre na temperatura ambiente, a quantidade de monômero não reagido é muito maior que nos outros tipos, o que fica demonstrado pelo menor grau de conversão monômero/polímero. Assim, o menor grau de conversão destas resinas é o responsável pelas propriedades inferiores às encontradas nas resinas tipo 1 e 5. Observou-se ainda que os corpos de prova das resinas tipo 2 apresentaram um grande número de poros no interior e/ou na sua superfície. A presença destes poros, por si só, pode ter determinado valores mais baixos nas propriedades de resistência ao impacto Izod e microdureza.

Em relação à sorção e a solubilidade, os valores apresentados por todos os tipos de resinas acrílicas encontram-se dentro dos parâmetros estabelecidos na ISO1567²².

Cabe ressaltar que em relação à sorção, as resinas tipo 2 apresentaram valores estatisticamente maiores que as resinas tipo 1 e tipo 5. Quanto à solubilidade, as resinas tipo 2 apresentaram valores estatisticamente diferentes nas duas marcas, sendo que a C2 da Clássico

for maior que a D2 da Dental VIPI. As duas marcas comerciais do tipo 2 apresentaram valores estatisticamente maiores que as resinas tipo 1 e tipo 5.

Em relação ao grau de inchamento não houve diferença significativa entre os três tipos de resinas.

Em relação à fração solúvel do material houve diferença estatisticamente significativa entre as resinas tipo 2 quando comparadas com as do tipo 1 e 5, sendo que as do tipo 2 apresentaram valores maiores que as do tipo 1 e 5 e entre estas não houve diferença. Ainda, em relação às marcas, verifica-se que a C2 da Clássico apresentou fração solúvel maior que a D2 da Dental VIPI.

A partir destes resultados pode-se inferir que, devido ao menor grau de conversão monômero/polímero, as resinas tipo 2, apresentam maior quantidade de monômero residual do que as do tipo 1 e 5.

Portanto, maiores cuidados devem ser tomados para a indicação deste tipo de resina acrílica não somente quanto as suas propriedades, mas também em relação a maior quantidade de monômero livre, que também de causar irritações, na cavidade bucal. Como os resultados deste trabalho mostraram que as propriedades das resinas tipo 1 e tipo 5 foram semelhantes, optou-se por trabalhar com as resinas tipo 5. Esta escolha foi motivada pela facilidade e rapidez do processo de polimerização deste tipo de resina.

Diante do acima exposto, a segunda etapa desse trabalho foi avaliar a influência dos ciclos de polimerização nas propriedades de duas resinas para microondas.

5.2 INFLUÊNCIA DO CICLO DE POLIMERIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES DAS RESINAS ACRÍLICAS POLIMERIZADAS COM ENERGIA DE MICROONDAS

5.2.1 Introdução

A polimerização das resinas acrílicas inicia com a decomposição da molécula de peróxido de benzoíla, formando dois radicais livres. Para que ocorra a decomposição deve haver absorção de energia, que pode ser através do calor, de um agente químico ou das microondas. Muitas pesquisas têm sido realizadas com a finalidade de se obter melhorias nos métodos de polimerização destas resinas. Em 1968 foi realizado o primeiro trabalho que utilizou a energia das microondas para polimerizar resinas acrílicas.²⁷ A polimerização com energia de microondas determinou propriedades semelhantes àquelas encontradas nas resinas

polimerizadas em banho d'água. Esta nova técnica de polimerização proporcionou um menor tempo de polimerização, sem interferir nas propriedades do material.¹⁰⁰⁻¹⁰² Alguns trabalhos comprovaram a eficácia desta polimerização e referem que esta técnica permite um aquecimento homogêneo do gesso e da resina, o que causa menores distorções no material polimerizado.¹⁰²⁻¹⁰³

As propriedades de dureza, resistência à flexão e porosidade encontradas nas resinas polimerizadas com energia de microondas, não foram estatisticamente diferentes daquelas encontradas nas resinas polimerizadas em banho d'água.¹⁰⁰

A dureza e a resistência à flexão de resinas polimerizadas em banho d'água e com energia de microondas foram avaliadas num outro trabalho. Os pesquisadores mostraram que as polimerizadas em forno de microondas foram mais resistentes às falhas mecânicas do que a polimerizada em banho d'água. Dentre os ciclos de polimerização que foram avaliados, o de 500 W de potência por 3 minutos não afetou as propriedades de dureza e de resistência à flexão.¹⁰⁴

Um estudo avaliou a influência de dois ciclos de polimerização com energia de microondas: o recomendado pelo fabricante da resina e o de 3 minutos com 500 W de potência (denominado ciclo curto) sobre a resistência à flexão da resina acrílica Onda-Cryl®. Este estudo mostrou que ambos os ciclos não afetam a resistência à flexão e estão dentro do valor previsto na ISO 1567²², que é de no mínimo 65 MPa.²⁹

Como existem poucas publicações sobre a influência deste ciclo curto de polimerização nas propriedades das resinas acrílicas utilizadas no Brasil, nesta etapa do trabalho foram avaliadas as propriedades de duas resinas acrílicas para microondas, mais comercializadas no Estado do Rio Grande do Sul, quando submetidas ao ciclo proposto pelo fabricante e ao ciclo curto de polimerização.

5.2.2 Objetivo

O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência do ciclo de polimerização nas seguintes propriedades:

- a) resistência ao impacto Izod;
- b) microdureza Knoop;
- c) sorção e solubilidade;

- d) temperatura de transição vítrea;
- e) massa específica e grau de inchamento;
- f) grau de conversão.

das resinas polimerizadas com energia de microondas VIPI WAVE® (D5) e Onda Cryl® (C5)

5.2.3 Considerações sobre as resinas VIPI WAVE® e Onda Cryl®

As resinas, na cor rosa médio com fibras de nylon, foram escolhidas por serem a primeira escolha na confecção de bases de dentaduras.

Segundo os fabricantes das resinas estas apresentam a seguinte composição:

Resina Onda Cryl® (C5)

Pó – consiste de um copolímero de metacrilato de metila e acrilato de etila, ftalato de butila e iniciador peróxido de benzoíla.

Líquido – monômero de metacrilato de metila, etilenoglicol dimetacrilato, topanol.

Resina VIPI WAVE® (D5)

Pó – constituído de polímero de metacrilato de metila, iniciador peróxido de benzoíla e pigmentos biocompatíveis.

Líquido – monômero de metacrilato de metila, etilenodimetacrilato, e agente de inibição da polimerização.

De acordo com estas informações verifica-se que existe uma diferença de composição no pó destas resinas. Outra constatação é que os fabricantes não especificam a concentração dos componentes presentes no líquido e no pó.

O ciclo recomendado para a polimerização da resina C5, de acordo com a potência do forno de microondas que foi utilizado neste procedimento é de 3 minutos na potência de 420 W seguido de 4 minutos com o aparelho desligado (potência 0) e mais 3 minutos na potência de 840 W. Já o ciclo recomendado para a resina D5 é de 20 minutos na potência de 140 W seguido de mais 5 minutos na potência de 420 W.

O ciclo curto de polimerização, de acordo com a potência do forno de microondas, foi de 3 minutos com uma potência de 560 W e foi utilizado para polimerizar as resinas das duas marcas comerciais.

As propostas de ciclos de polimerização menores do que o recomendado pelos fabricantes das resinas, tem como finalidade reduzir o tempo de trabalho do profissional. No entanto, é necessário saber se as propriedades físico-químicas destes materiais não serão alteradas.

5.2.4 Resultados e discussão

Os resultados do grau de conversão monômero/polímero em %, obtido através de microespectroscopia Raman, são mostrados na Figura 34.

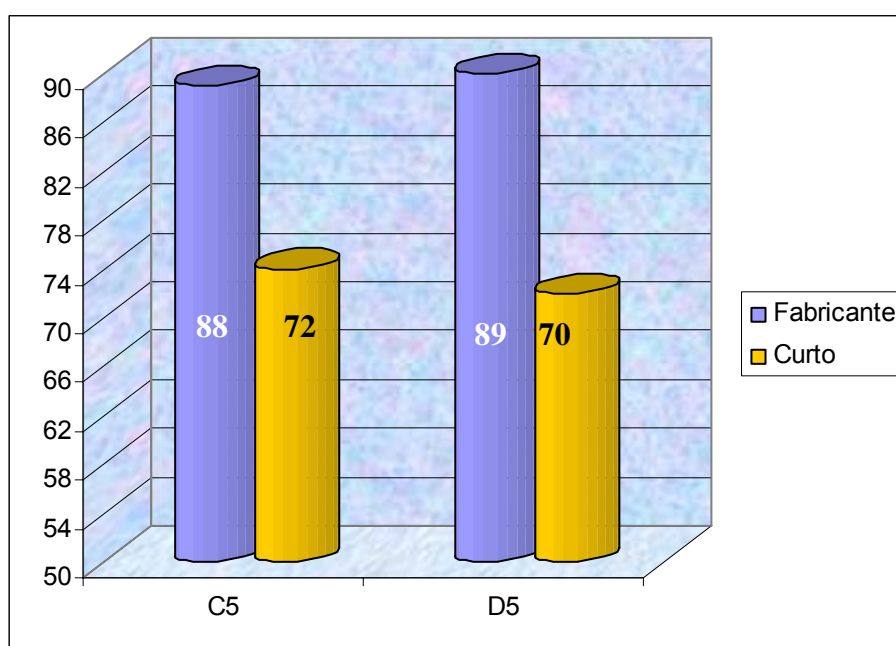


Figura 34. Grau de conversão monômero/polímero em % para os diferentes ciclos de polimerização

O grau de conversão monômero/polímero apresentou valores diferentes para os dois ciclos de polimerização analisados, nas duas marcas comerciais, sendo que, valores de conversão menores foram obtidos com o ciclo curto de polimerização.

A resina D5 no ciclo recomendado pelo fabricante apresentou um grau de conversão de 89 % e no ciclo curto foi de 70%. A resina C5 no ciclo do fabricante apresentou 88% e no ciclo curto foi de 72%. Esta variação no grau de conversão entre o ciclo recomendado pelo fabricante e o ciclo curto pode ser decorrente da cinética de polimerização do material. O ciclo curto tem uma potência de irradiação muito elevada, quando comparada com a do ciclo do fabricante, porém num tempo muito menor. Na polimerização radicalar, a formação de

radicais livres e a terminação da polimerização ocorrem simultaneamente. Provavelmente, no ciclo curto, a quantidade de radicais livres formados não foi suficiente para a formação de um grande número de cadeias poliméricas, o que reduz o grau de conversão do material. A presença de “pontos frios”, ou seja, o aquecimento não foi uniforme no interior do material, pode ter contribuído também para um menor grau de conversão. Além do mais, foi observado um maior número de poros na resina polimerizada no ciclo curto e isto está relacionado com a volatilização do monômero, o que pode também influenciar no grau de conversão. Cabe ressaltar que esta foi uma análise pontual, pois foi realizada num único corpo de prova de cada marca comercial e de cada ciclo de polimerização, devido ao elevado custo da mesma. De toda maneira, pode-se constatar que o ciclo do fabricante quando comparado com o curto determinou um grau de conversão monômero/polímero maior nas duas marcas comerciais.

Tabela IV. Variáveis analisadas nas resinas tipo 5 polimerizadas no ciclo do fabricante e no ciclo curto. Dados expressos como média \pm desvio padrão

Variáveis	Ciclo do fabricante		Ciclo curto	
	C5	D5	C5	D5
R Izod - J/m	98 \pm 10 a	97 \pm 10 a	59 \pm 12 b	49 \pm 13 c
Dureza - KHN	21 \pm 1 a	21 \pm 1 a	19 \pm 1 b	19 \pm 1 b
Tg - °C	103 \pm 1 a	103 \pm 1 a	91 \pm 2 b	91 \pm 4 b
Massa esp- g/cm ³	1,19 \pm 0 a	1,19 \pm 0 a	1,17 \pm 0 b	1,17 \pm 0 b
1/ ϕ	1 \pm 0 a	1 \pm 0 a	1 \pm 0 a	1 \pm 0 a
ω solúvel (g)	4,4x10 ⁻⁴ \pm 0 a	4,5x10 ⁻⁴ \pm 0 a	8,4x10 ⁻⁴ \pm 0 b	8,8x10 ⁻⁴ \pm 0 b
Sorção - μ g/mm ³	24 \pm 2 a	23 \pm 2 a	26 \pm 3 a	25 \pm 3 a
Solubil - μ g/mm ³	0,8 \pm 0,1 a	0,9 \pm 0,1 a	1,4 \pm 0,1 b	1,5 \pm 0,1 b

Letras diferentes na mesma linha representam diferença significativa em relação aos grupos, para cada variável assinalada; ANOVA seguida pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, $p < 0,05$.

Com exceção do grau de inchamento pode-se observar que ambas resinas quando polimerizadas no ciclo curto apresentaram piores propriedades .

Os valores obtidos nos ensaios foram submetidos à Análise de Variância de duas vias complementada pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, nível de significância de 5%. Por meio deste teste verifica-se que para a resistência ao impacto Izod houve interação significativa entre resina e ciclo, ou seja, as resinas C5 e D5 apresentaram uma média

significativamente maior no ciclo do fabricante. Na resistência ao impacto Izod verifica-se que a C5 apresenta uma média significativamente maior do que a D5 no ciclo curto.

Estes resultados mostram que um tempo maior de polimerização e uma potência menor melhorou a resistência ao impacto do material e também aumentou o grau de conversão monômero/polímero. A constatação de que a resina C5 apresentou um valor maior de resistência ao impacto que a D5, quando polimerizada com o ciclo curto, mostra que a C5 foi menos afetada pelo ciclo de polimerização. Talvez uma das explicações para este fato possa estar relacionada com os componentes e/ou a concentração destes no líquido. Por outro lado, observou-se que os corpos de prova das resinas polimerizadas no ciclo curto apresentaram um grande número de poros no seu interior e/ou na superfície, o que contribuiu para uma menor resistência ao impacto nas duas marcas comerciais.

Para a microdureza Knoop, a temperatura de transição vítrea e a massa específica verifica-se que não houve interação significativa entre resina e ciclo. Quanto aos efeitos principais apenas ciclo foi significativo, ou seja, independente da resina, o ciclo do fabricante apresenta média significativamente maior do que o ciclo curto. Todos os corpos de prova tiveram a T_g determinada no segundo aquecimento. A variação da temperatura de aquecimento foi de 50°C até 190°C com taxa de aquecimento de 10°C por minuto.

As Figuras 35 e 36 mostram o termograma de DSC obtido de uma amostra polimerizada no ciclo do fabricante e outra polimerizada no ciclo curto.

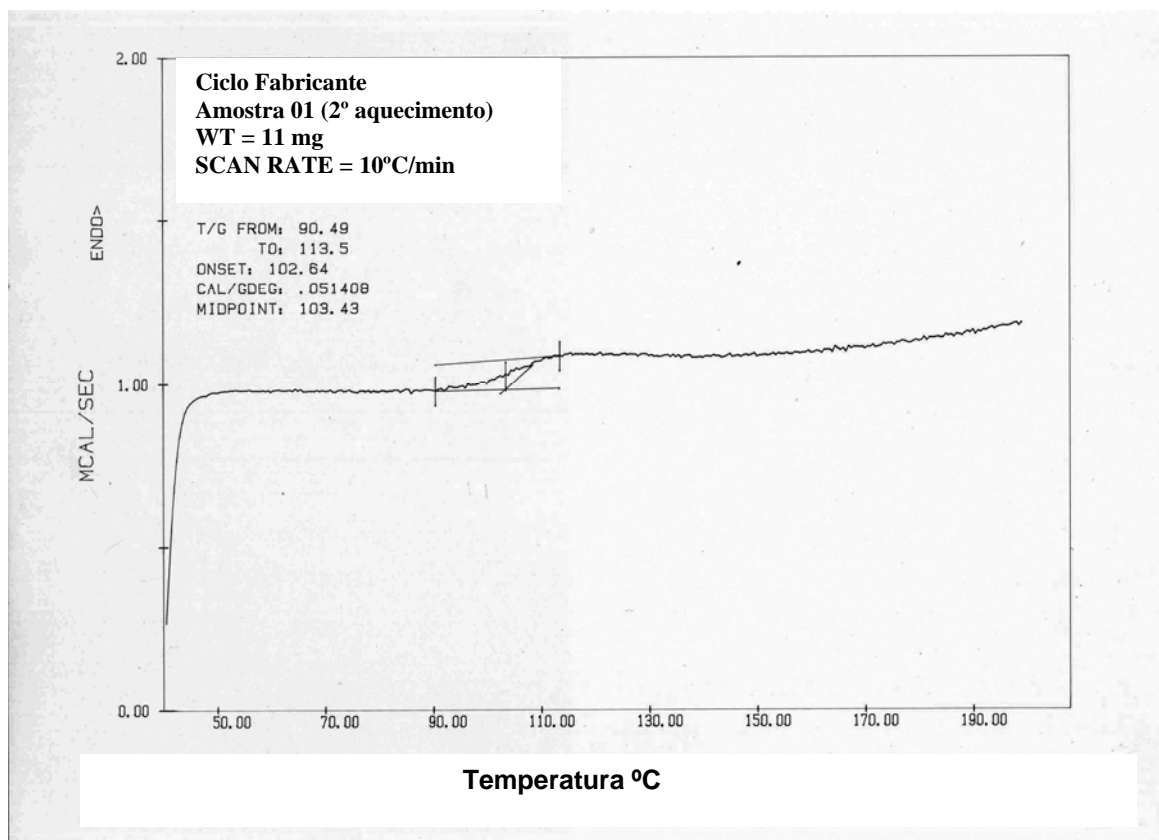


Figura 35. DSC de um cp polimerizado no ciclo do fabricante com Tg de 103°C

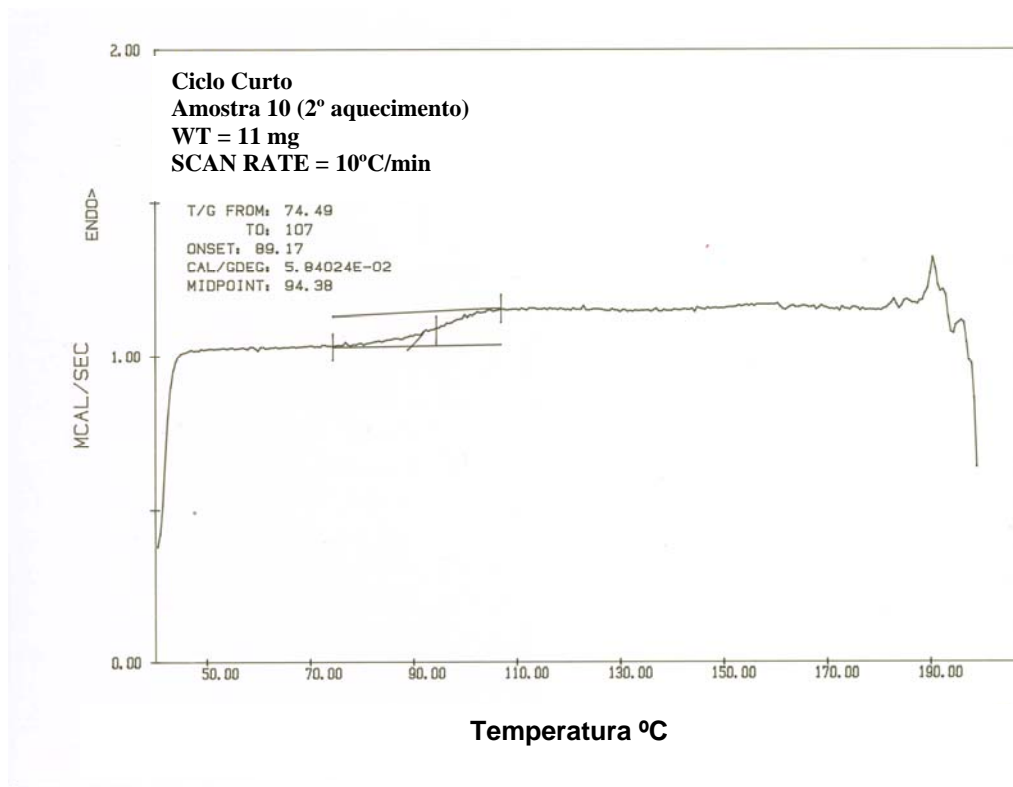


Figura 36. DSC de um cp polimerizado no ciclo curto com Tg de 89°C

As Figuras 37 e 38 mostram o termograma de DMA obtido de uma amostra polimerizada no ciclo do fabricante e outra polimerizada no ciclo curto. A Tg foi determinada no primeiro aquecimento, que variou de 30°C até 170°C, com taxa de aquecimento de 5°C por minuto e frequência de um hertz. A Tg foi dada pelo pico máximo da curva do módulo de perda ($\log E''$).

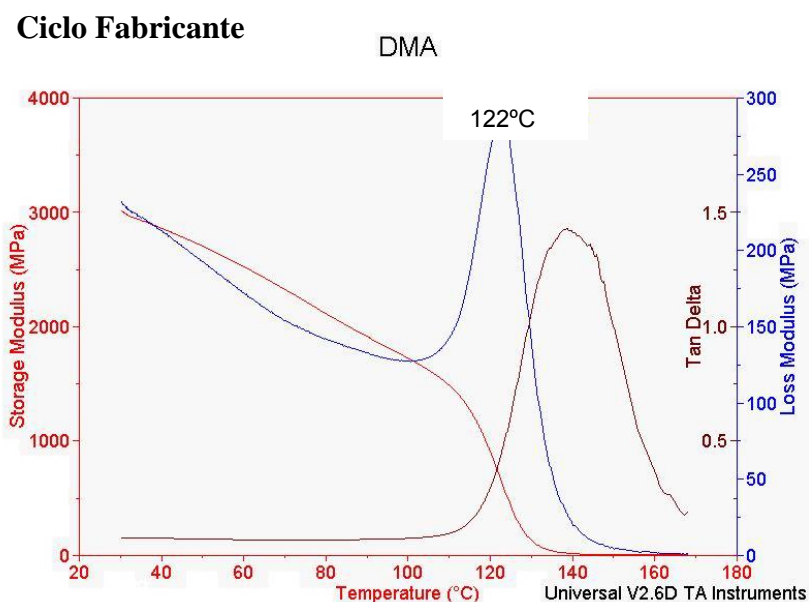


Figura 37. DMA de um cp polimerizado no ciclo do fabricante com Tg de 122°C

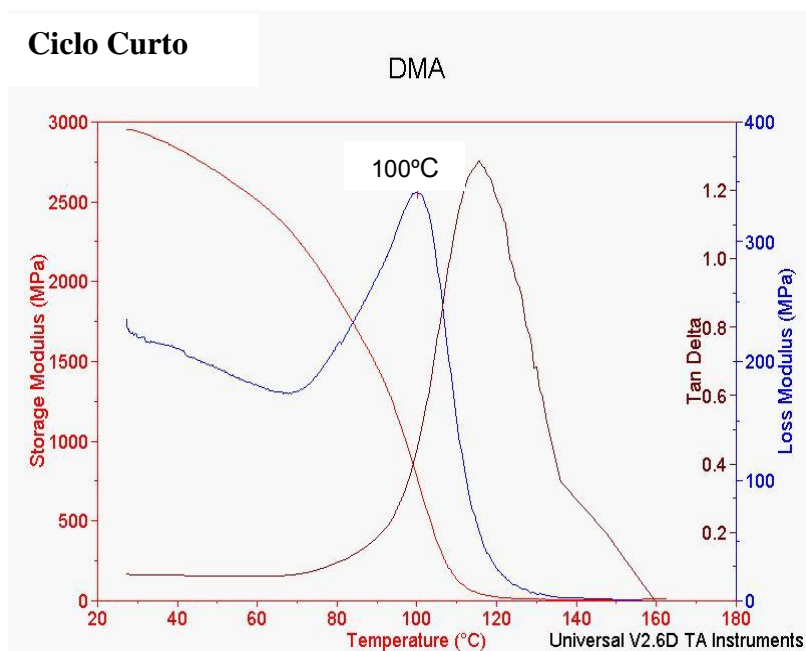


Figura 38. DMA de um cp polimerizado no ciclo curto com Tg de 100°C

A análise feita por DSC mostra que a Tg da resina polimerizada no ciclo do fabricante foi maior que a do ciclo curto. A análise por DMA mostra este mesmo comportamento, apesar dos valores de Tg obtidos por DMA serem maiores que aqueles obtidos por DSC.

Tanto o material polimerizado no ciclo do fabricante como aquele polimerizado no ciclo curto apresentaram grau de inchamento semelhante, mas a fração solúvel do polimerizado no ciclo do fabricante foi menor que a do ciclo curto.

Para a sorção verifica-se que não houve interação significativa entre resina e ciclo. Quanto aos efeitos principais ambos também não foram significativos.

Para a solubilidade verifica-se que não houve interação significativa entre resina e ciclo. Quanto aos efeitos principais apenas ciclo foi significativo, ou seja, independente da resina o ciclo do fabricante apresenta média significativamente menor do que o curto.

Cabe ressaltar que os valores de sorção e solubilidade encontrados nos dois ciclos de polimerização estão dentro dos parâmetros estabelecidos na ISO 1567²².

5.2.5 Conclusões

As resinas acrílicas polimerizadas com energia de microondas, das duas marcas comerciais, quando submetidas ao ciclo do fabricante apresentaram propriedades que não diferiram estatisticamente entre si.

As resinas acrílicas polimerizadas com energia de microondas, das duas marcas comerciais, quando submetidas ao ciclo curto apresentaram propriedades que diferiram estatisticamente daquelas encontradas no ciclo do fabricante e foram inferiores a estas.

Como os resultados deste trabalho mostraram que as propriedades das resinas polimerizadas com energia de microondas, de ambas as marcas comerciais, quando submetidas ao ciclo do fabricante, foram estatisticamente superiores às encontradas no ciclo curto, optou-se por trabalhar com a resina de microondas D5 utilizando-se o ciclo do fabricante. A escolha da D5 foi motivada pela facilidade de manipulação desta resina, que segundo o fabricante, deve ser na fase de massa ou plástica, enquanto que a C5 deve ser manipulada na fase fibrosa, o que torna o trabalho bastante difícil.

Diante do acima exposto, a etapa seguinte foi avaliar a influência da presença de corante e das fibras de *nylon* nas propriedades da resina de microondas D5.

5.3 INFLUÊNCIA DO CORANTE E DAS FIBRAS DE *NYLON* NAS PROPRIEDADES DA RESINA ACRÍLICA VIPI WAVE®

5.3.1 Objetivo

O objetivo desta etapa foi avaliar a influência do corante e das fibras de *nylon* nas propriedades das resinas acrílicas polimerizadas por energia de microondas da marca comercial Dental VIPI Ltda. Para tal fim foram analisadas as seguintes propriedades:

- a) resistência ao impacto Izod;
- b) microdureza Knoop;
- c) temperatura de transição vítrea;
- d) sorção e solubilidade;
- e) massa específica e grau de inchamento;
- f) sorção;
- g) solubilidade;
- h) grau de conversão monômero/polímero;
- i) resistência à flexão e módulo de flexão.

das resinas acrílicas rosa médio com fibras de *nylon*, rosa médio sem fibras de *nylon* e resina incolor sem fibras de *nylon*.

5.3.2 Considerações gerais

Segundo o fabricante, as fibras de *nylon* e o corante são acrescentados ao pó da resina, que é incolor, e servem para melhorar as características estéticas do material. As fibras servem para simular os pequenos vasos sanguíneos que estão presentes na mucosa oral. A resina incolor, que não contém corante e nem fibras de *nylon* funcionou como grupo controle.

A Figura 39 mostra os três tipos de resinas acrílicas utilizadas nesta etapa do trabalho.



Figura 39. Resina rosa com fibras (a), resina Incolor (b) e resina rosa sem fibras (c)

5.3.3 Resultados e conclusão

A Figura 40 mostra o grau de conversão monômero/polímero, em %, obtido por meio de microespectroscopia Raman para a resina rosa com fibras de *nylon* (RCF), sem fibras (RSF) e incolor (RI).

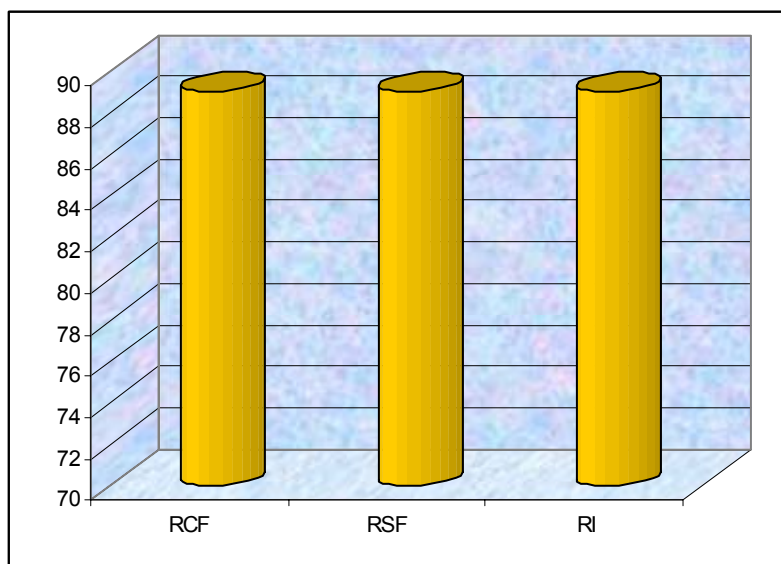


Figura 40. Grau de conversão monômero/polímero em % dos três grupos avaliados

Os resultados desta análise mostraram que RCF (88%) não diferiu de RSF (88%) e de RI (88%), pois os três grupos tiveram os mesmos valores de conversão.

A Tabela V mostra os valores obtidos nos testes de resistência ao impacto Izod em J/m, microdureza Knoop - KHN, temperatura de transição vítrea em °C, massa específica em g/cm³, grau de inchamento (1/φ), massa solúvel em g, sorção e solubilidade em µg/mm³ das resinas rosa com fibras, rosa sem fibras e incolor da marca VIPI WAVE. ®

Todas as variáveis avaliadas foram submetidas ao teste de Análise de Variância, seguida pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, nível de significância de 5%. Os resultados obtidos mostram que não houve diferença significativa entre os grupos, para cada variável assinalada ($p > 0,05$). Estes resultados eram esperado, tendo-se em vista o fato da conversão ter sido a mesma para todos os tipos de resinas.

Tabela V. Variáveis analisadas nas resinas rosa com fibras, rosa sem fibras e incolor. Dados expressos como média ± desvio padrão

Variáveis	RCF	RSF	RI
Resistência à flexão (MPa)	98 ± 9	100 ± 10	99 ± 9
Módulo de flexão (MPa)	2555 ± 95	2581 ± 87	2586 ± 91
Resistência Izod (J/m)	99 ± 9	99 ± 9	98 ± 9
Microdureza Knoop (KHN)	21 ± 1	21 ± 1	21 ± 1
Tg (°C)	104 ± 1	104 ± 1	104 ± 1
Massa específica (g/cm ³)	1,19 ± 0	1,19 ± 0	1,19 ± 0
1/φ	1 ± 0	1 ± 0	1 ± 0
ω solúvel (g)	4,6x10 ⁻⁴ ± 0	4,5x10 ⁻⁴ ± 0	4,6x10 ⁻⁴ ± 0
Sorção (µg/mm ³)	26 ± 1	26 ± 1	26 ± 1
Solubilidade (µg/mm ³)	0,9 ± 0, 1	0,8 ± 0,1	0,8 ± 0,1

Não houve diferença significativa entre os grupos, para cada variável assinalada; ANOVA seguida pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, $p > 0,05$.

Para cada variável, através da Análise de Variância, nível de significância de 5%, verifica-se que não houve diferença significativa nos três grupos.

Os resultados obtidos mostraram que as presenças de corante e de fibras de *nylon* na resina acrílica, não influenciaram as propriedades que foram analisadas neste trabalho.

Assim, dando prosseguimento ao trabalho, procedeu-se à análise microbiológica para avaliar a eficácia das duas técnicas de desinfecção aqui propostas.

5.4 ANÁLISE MICROBIOLÓGICA

5.4.1 Objetivo

Nesta etapa foi avaliada a eficácia microbiológica das técnicas de desinfecção com irradiação de microondas e imersão em ácido peracético nas resinas acrílicas de uso odontológico da marca comercial Dental VIPI Ltda.

5.4.2 Confeção dos corpos de prova

Os corpos de prova foram confeccionados com os três tipos de resinas acrílicas (incolor) – de termopolimerização (VIPI CRIL®), polimerizada por energia de microondas (VIPI WAVE®) e de autopolimerização (VIPI FLASH®) da marca comercial Dental VIPI Ltda, São Paulo/SP. Para cada tipo de resina foram confeccionados quinze (15) corpos de prova com as seguintes dimensões 10,00 x 10,00 x 3,00mm ($\pm 0,5$ mm). As resinas foram proporcionadas, manipuladas, e polimerizadas de acordo com as indicações do fabricante. O acabamento dos corpos de prova foi realizado com lixas d'água nº 280 - 400 - 600 - 1000 e a seguir foi feito o polimento mecânico convencional com pedra pomes e branco de espanha. A resina incolor foi escolhida para este ensaio devido à facilidade de inspeção visual da sua superfície e do interior do material.

5.4.3 Análise microbiológica

A análise microbiológica foi realizada em todos os corpos de prova (cp) de cada tipo de resina acrílica. Estes foram divididos em três grupos com 5 corpos de prova para cada resina. Os grupos foram denominados C – controle - com 5 cp que foram imersos em 50 mL de água deionizada durante 5 min e mantidos na temperatura ambiente, MO – com 5 cp que foram imersos em 50 mL de água deionizada e submetidos à irradiação de microondas com 840 W de potência durante 1 minuto, e AP - com 5 cp que foram imersos em 50 mL de uma solução com ácido peracético 0,2% p/p durante 5 minutos. A análise microbiológica consistiu em verificar o crescimento de *C. albicans* (ATCC 10231) no meio de cultura e na superfície dos cp, que foram previamente contaminados. Para promover a contaminação, cada cp foi colocado num tubo de ensaio junto com 10 mL do meio de cultura Brain Heart Infusion (BHI)

contendo uma suspensão 10^{-2} mL da levedura fungo e incubado em estufa a 37°C , durante 24 horas. Os quatro cp utilizados como controle do ensaio microbiológico foram retirados do caldo contendo os microrganismos e lavados por 5 minutos com água destilada estéril e imediatamente colocados em outros tubos de ensaios contendo BHI. Estes cp não foram submetidos à desinfecção (grupo controle). Os demais cp contaminados foram submetidos aos processos de desinfecção com irradiação de microondas durante 1 minuto com 840 W de potência, ou a imersão em ácido peracético 0,2% p/p durante 5 minutos. Após este procedimento foram colocados nos tubos de ensaio contendo um novo meio de cultura BHI.

A seguir, os meios de cultura contendo os cp foram novamente incubados a 37°C , durante 24 horas. A avaliação do crescimento do fungo foi realizada através da observação da turvação do meio de cultura, e do aspecto da superfície do corpo de prova (foi observado com lupa Zeitz com aumento de quarenta vezes), após o período de incubação.

5.4.4 Resultados da análise microbiológica

A análise microbiológica mostrou que independente do tipo de resina acrílica, a contaminação por *C. albicans* ocorreu em todos os corpos de prova.

Os Quadros 3 e 4 mostram os resultados obtidos da análise microbiológica para os três tipos de resinas acrílicas.

Quadro 3. Resultados da contaminação dos corpos de prova e do meio de cultura antes dos tratamentos de desinfecção, para os três tipos de resinas acrílicas

Resina Acrílicas	Grupo Controle	Grupo Microondas	Grupo A.Peracético
Termopolimerização	+	+	+
Autopolimerização	+	+	+
Microondas	+	+	+

+ = Meio turvo e superfície do cp opaca

Quadro 4. Resultados da contaminação dos corpos de prova e do meio de cultura depois dos tratamentos de desinfecção, para os três tipos de resinas acrílicas

Resina Acrílicas	Grupo Controle	Grupo Microondas	Grupo A.Peracético
Termopolimerização	+	-	-
Autopolimerização	+	-	-
Microondas	+	-	-

+ = Meio turvo e superfície do cp opaca

- = Meio de cultura límpido e superfície do cp apresentando transparência

As Figuras 41 e 42 mostram o aspecto do corpo de prova e do meio de cultura.

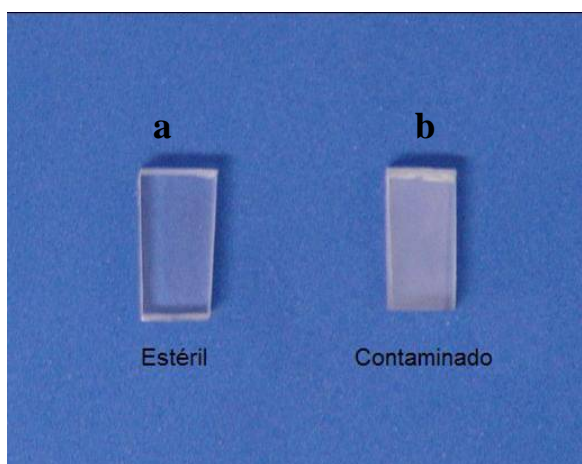


Figura 41. Aspecto do corpo de prova **a**-antes e **b**-depois da contaminação

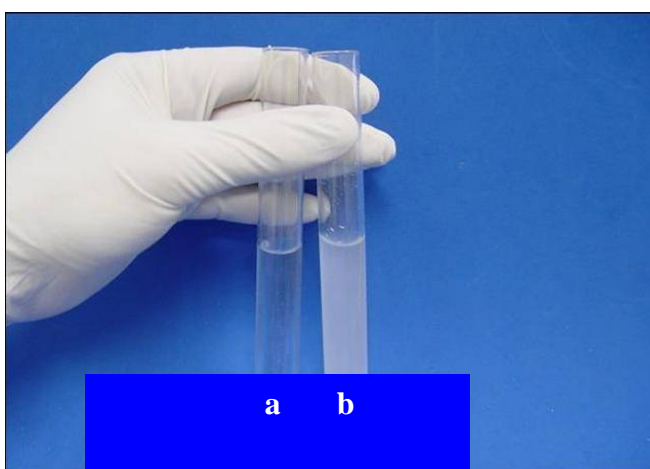


Figura 42. Aspecto do meio de cultura **a**- não contaminado e **b**-contaminado

A análise microbiológica mostra que todos os cp foram contaminados com *C. albicans* (Quadro 3), pois após o período inicial de incubação apresentaram a superfície opaca (Figura 41b) e o meio de cultura estava turvo (42b). Após o tratamento de desinfecção com energia de microondas e ácido peracético, os cp não apresentaram contaminação por *C. albicans* como mostra o Quadro 4. A superfície dos cp submetidos aos métodos desinfecção apresentaram elevado grau de transparência (41a). Enquanto que os não tratados, do grupo controle (contaminados com *C. albicans*) apresentaram a superfície opaca, como mostra a Figura 41b. Os meios de cultura, contendo os cp tratados com energia de microondas e ácido peracético não apresentaram turvação (meio de cultura límpido) como mostra a Figura 42a, enquanto que os meios de cultura com os cp não tratados (contaminados) apresentaram turvação como mostra a Figura 42b.

5.4.5 Discussão

Os resultados deste trabalho mostram que a *C. albicans* aderiu nos cp de todos os tipos de resinas acrílicas.

Com relação à desinfecção com irradiação de microondas os resultados deste trabalho concordam com os encontrados em outro estudo¹⁶, que mostrou que a irradiação com energia de microondas (850 W por 60 segundos) é adequada para a desinfecção de próteses, uma vez que foi capaz de eliminar a maioria das colônias de *C. albicans*, sem causar distorção nas próteses avaliadas. Outros estudos, com irradiação de microondas, com tempo e potência diferentes, constataram que é possível fazer a desinfecção de resinas acrílicas.^{16,73,76}

Com relação à desinfecção com ácido peracético, os resultados desse trabalho mostram que o ácido peracético também foi eficaz na desinfecção dos três tipos de resinas acrílicas contaminados com *C. albicans*, e corroboram os achados de outro trabalho¹⁵, que comprovou a eficácia do ácido peracético para estas mesmas resinas contaminadas com *Bacillus subtilis* e *Bacillus stearothermophilus*.

5.4.6 Conclusões

Pode-se concluir, a partir dos resultados deste trabalho, que um ciclo adicional de aquecimento em forno de microondas, por um minuto com 840 W de potência, e a imersão

em ácido peracético 0,2% p/p (por peso) durante 5 minutos, foi capaz de eliminar *C. albicans* da superfície de todos os corpos de prova.

Como o procedimento de desinfecção deste tipo de material deve ser repetido inúmeras vezes, há necessidade de uma avaliação criteriosa após vários ciclos de desinfecção e também após verificar se estas técnicas não irão interferir nas propriedades físico-químicas destes materiais.

Então, a próxima etapa do trabalho foi avaliar a influência das técnicas de desinfecção, nas propriedades da resina acrílica para microondas da marca comercial Dental VIPI Ltda São Paulo/SP.

5.5 INFLUÊNCIA DE DUAS TÉCNICAS DE DESINFECÇÃO NAS PROPRIEDADES DE UMA RESINA ACRÍLICA PRÓPRIA PARA POLIMERIZAÇÃO EM FORNO DE MICROONDAS

5.5.1 Objetivo

O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência das técnicas de desinfecção com irradiação de microondas durante 1 minuto com 840 W de potência e a imersão em ácido peracético 0,2% p/p durante 5 minutos nas propriedades de:

- a) resistência ao impacto;
- b) resistência à flexão e módulo de flexão;
- c) microdureza Knoop;
- d) sorção e solubilidade;
- e) temperatura de transição vítrea;
- f) grau de conversão do monômero;
- g) massa específica e grau de inchamento.

de uma resina acrílica polimerizada com energia de microondas.

5.5.2 Materiais e métodos

O material utilizado para a confecção dos corpos de prova foi a resina acrílica, na cor rosa médio com fibras de nylon, própria para polimerização em forno de microondas (VIPI WAVE® - Dental VIPI Ltda., São Paulo, SP).

A confecção dos corpos de prova e desinfecção com microondas e ácido peracético foram realizadas conforme descrito nos itens 4.2, 4.3 e 4.4, respectivamente.

5.5.3 Resultados e discussão

Inicialmente foi determinado, através da microespectroscopia Raman, o grau de conversão monômero/polímero de três corpos de prova, sendo um do grupo controle, e os outros dois do grupo submetido à desinfecção com microondas (MW) ou do grupo submetido à desinfecção com ácido peracético (AP).

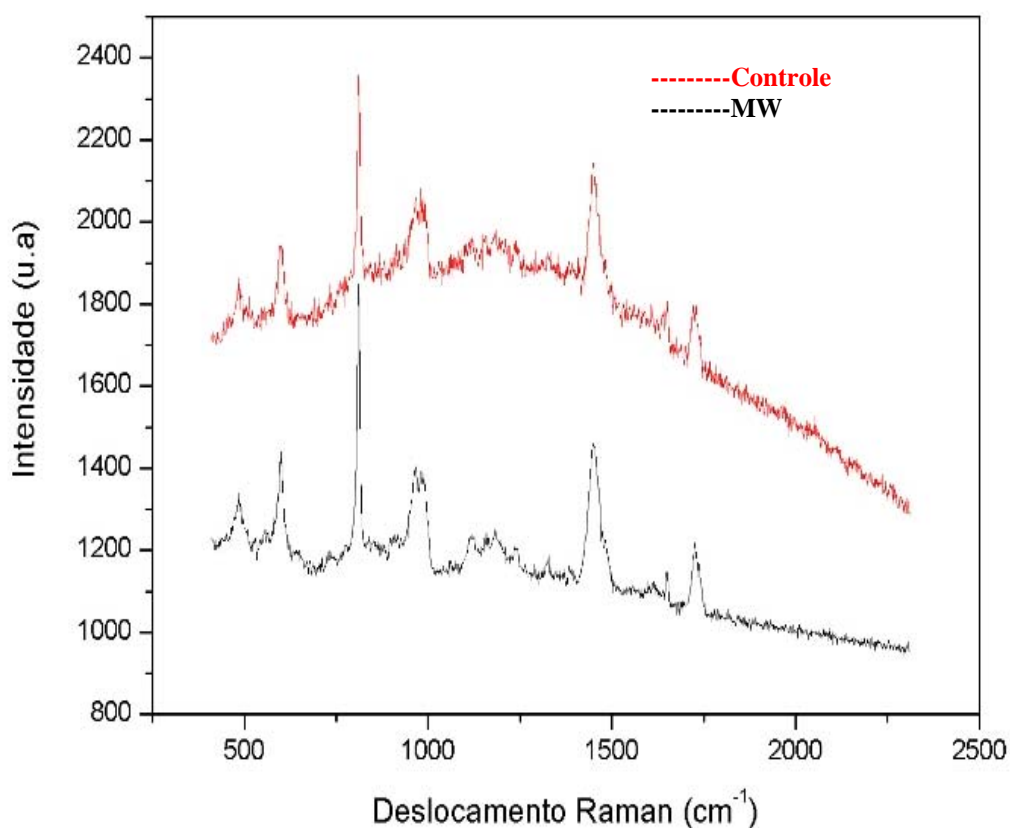


Figura 43. Microespectroscopia Raman do grupo controle e MW

O espectro Raman (Fig. 43) do polímero após a desinfecção no forno de microondas (MW) mostra que a intensidade do pico correspondente às ligações C=C está diminuída quando comparada com a do grupo controle (C). Assim, com a aplicação da equação 4 foi possível estimar o grau de conversão monômero/polímero.

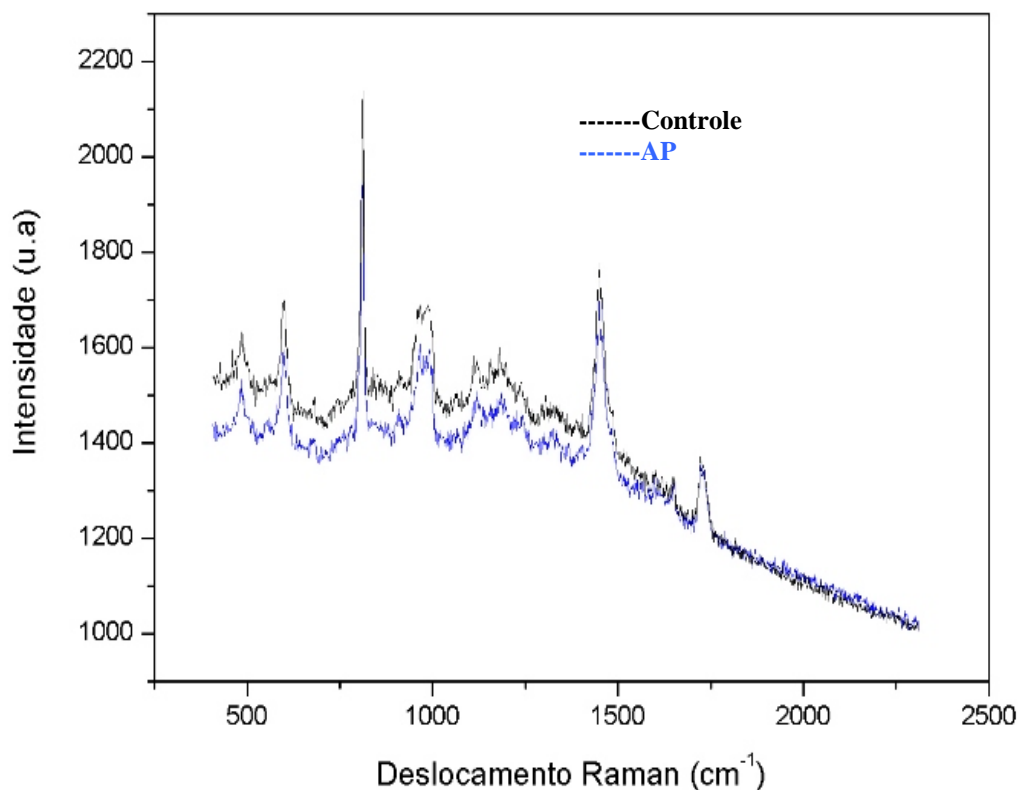


Figura 44. Microespectroscopia Raman do grupo AP e controle.

O espectro Raman (Figura 44) do polímero após a desinfecção com ácido peracético (AP) mostra que a intensidade do pico correspondente às ligações C=C foi semelhante a do grupo controle (C).

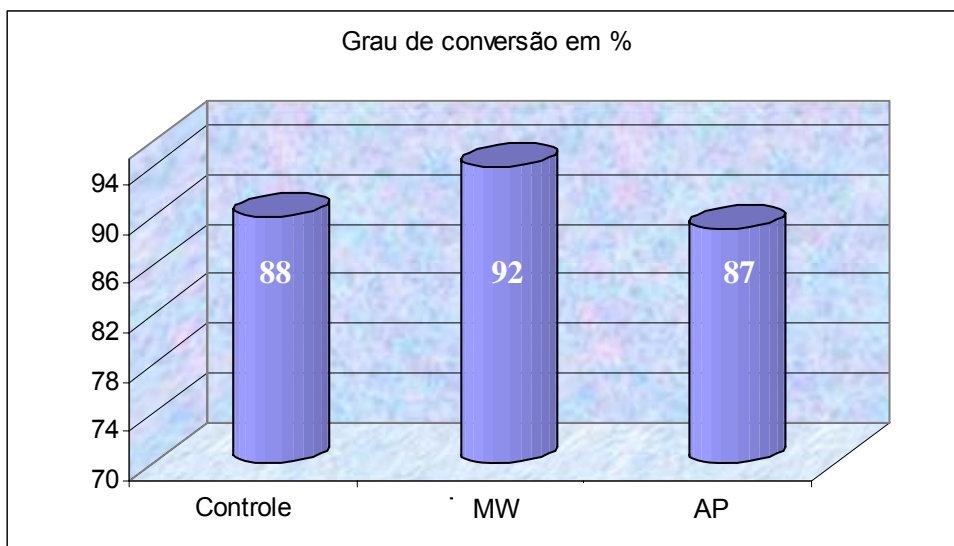


Figura 45. Grau de conversão em % obtido nos três grupos analisados

Os resultados desta análise (Figura 45) mostraram que o grupo irradiado com microondas (MW) levou a uma conversão maior (92%) do que o grupo C - controle (88%) e do grupo AP – imerso em ácido peracético (87%), cujos valores foram semelhantes. Esse comportamento é um indicativo de que este ciclo de irradiação no forno de microondas além de atuar como desinfetante, promoveu uma polimerização adicional dos monômeros não reagidos durante o ciclo de polimerização indicado pelo fabricante. Alguns estudos mostraram que um ciclo de irradiação no forno de microondas melhorou as propriedades da resina acrílica quimicamente ativada,¹⁰⁵⁻¹⁰⁶ o que corrobora os resultados encontrados neste trabalho.

A Tabela VI mostra os valores obtidos nas propriedades analisadas nos grupos C, MW e AP.

Tabela VI. Variáveis analisadas nos grupo Controle (C), Microondas (MW) e Ácido Peracético (AP). Dados expressos como média \pm desvio padrão

Variáveis	Controle	MW	AP
R Izod (J/m)	98 \pm 15 a	129 \pm 15 b	98 \pm 11 a
Dureza (KHN)	21 \pm 1 a	24 \pm 1 b	21 \pm 1 a
Tg (° C)	103 \pm 2 a	109 \pm 2 b	103 \pm 2 a
ρ (g/cm ³)	1,19 \pm 0 a	1,2 \pm 0 b	1,19 \pm 0 a
1/ ϕ	1 \pm 0 a	1 \pm 0 a	1 \pm 0 a
ω solúvel (g)	4,5x10 ⁻⁴ \pm 0 a	2,6x10 ⁻⁴ \pm 0 b	4,6x10 ⁻⁴ \pm 0 a
M Flexão (MPa)	2551 \pm 63 a	2555 \pm 68 a	2546 \pm 64 a
R Flexão (MPa)	93 \pm 10 a	93 \pm 10 a	96 \pm 11 a
Sorção (μ g/mm ³)	25 \pm 2 a	8 \pm 1 b	25 \pm 2 a
Solubil (μ g/mm ³)	0,8 \pm 0,1 a	0,2 \pm 0,1 b	0,8 \pm 0,1 a

Letras diferentes na mesma linha representam diferença significativa em relação aos grupos, para cada variável assinalada; ANOVA de duas vias, seguida pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, $p < 0,05$.

A análise das propriedades foi realizada através da ANOVA (Análise da Variância). Quando foi detectada diferença significativa entre C, MW e AP ($p < 0,05$), comparou-se os grupos através do Método de Tukey, nível de significância de 5%. Os resultados encontrados foram os seguintes:

Para a resistência ao impacto Izod, microdureza Knoop, temperatura de transição vítrea, massa específica e grau de inchamento, sorção e solubilidade, os grupos diferem significativamente. Comparações múltiplas pelo método de Tukey indicam que MW difere significativamente de C e de AP. Mas entre C e AP não houve diferença significativa.

Uma pesquisa com uma resina acrílica quimicamente ativada mostrou que a Tg do material aumentou após esta ser submetida à irradiação no forno de microondas com potência de 600 W por 3 minutos.¹⁰⁶

Para o módulo de flexão e a resistência à flexão, os grupos C, MW e AP não apresentaram diferença estatisticamente significante. Os valores do módulo de flexão e da resistência à flexão encontrados nos três grupos estão dentro dos parâmetros estabelecidos na ISO 1567¹⁹ (acima de 2500 MPa e de 65 MPa respectivamente).

5.5.4 Conclusões

Os resultados deste trabalho mostram que o ácido peracético não alterou as propriedades de resistência ao impacto Izod, microdureza Knoop, massa específica e grau de inchamento, temperatura de transição vítrea, sorção, solubilidade e grau de conversão do polímero quando comparado com o controle – água deionizada. Quanto à irradiação com energia de microondas, constatou-se que as propriedades de resistência ao impacto Izod, microdureza Knoop, massa específica e grau de inchamento, temperatura de transição vítrea e grau de conversão do polímero aumentaram significativamente, enquanto que a sorção e a solubilidade diminuíram significativamente, e a resistência e o módulo de flexão não sofreram alterações, quando comparadas com o grupo controle – água deionizada. A irradiação no forno de microondas promoveu um maior grau de conversão monômero/polímero e possivelmente aumentou também a interconexão das cadeias poliméricas através das ligações cruzadas. Esta alteração no polímero pode ser a explicação para a diminuição da sorção e da solubilidade do material. O fenômeno de sorção mostra a difusão das moléculas de água para o interior do material, já a solubilidade mostra a dissolução de monômeros, oligômeros e outros componentes de baixo peso molecular. Portanto, o material polimérico, com um maior grau de conversão, diminuiu a difusão de água para o seu interior, bem como reduziu a sua solubilidade.

Para verificar com segurança a eficiência destas técnicas de desinfecção, há necessidade ainda de avaliar a influência destas na rugosidade superficial da resina acrílica, bem como simular o envelhecimento do material após vários procedimentos de desinfecção.

5.6 INFLUÊNCIA DAS TÉCNICAS DE DESINFECÇÃO SOBRE AS PROPRIEDADES DE UMA RESINA ACRÍLICA APÓS O ENVELHECIMENTO DOS CORPOS DE PROVA

5.6.1 Objetivo

Avaliar a influência das técnicas de desinfecção, ao longo do tempo, sobre as propriedades de uma resina acrílica para base de dentadura.

5.6.2 Materiais e métodos

O material utilizado para a confecção dos corpos de prova foi a resina acrílica, na cor rosa médio com fibras de *nylon*, própria para polimerização em forno de microondas (VIPI WAVE® - Dental VIPI Ltda., São Paulo, SP).

Após um projeto experimental, em que se avaliou diferentes concentrações de ácido peracético comercial e de produtos formulados no Laboratório de Síntese de Polímeros, verificou-se que os produtos formulados tinham a mesma eficácia microbiológica que os comerciais e não interferiam nas propriedades testadas. Assim, nesta fase do trabalho, optou-se por utilizar o produto formulado.

O produto foi formulado com 2 mL de H₂O₂ (50% em peso) , 8 mL de CH₃COOH glacial e 90 mL de H₂O deionizada, o qual produz uma solução com concentração máxima de 0,17 mol/L ou 13 g/L (1,3% em peso) de ácido peracético.

Os corpos de prova foram confeccionados da forma descrita no item 4.2. Foram criados cinco grupos com dez cp para cada uma das técnicas de desinfecção, além do grupo controle. A desinfecção com microondas foi realizada da seguinte maneira: cada corpo de prova foi imerso em 50 mL de água deionizada e colocado no forno de microondas, sendo irradiado durante 1 minuto na potência de 840 W (1 ciclo). A desinfecção com ácido peracético foi realizada da seguinte maneira: cada corpo de prova foi imerso em 50 mL de ácido peracético 1,3% e mantido durante 5 minutos na temperatura ambiente (1 imersão). Os corpos de prova do grupo controle foram colocados, individualmente, em 50 mL de água deionizada e mantidos na temperatura ambiente durante 5 minutos. Os grupos foram denominados de C – grupo controle - que não foi submetido às técnicas de desinfecção; MO1 – grupo que foi submetido a um ciclo de microondas; MO5 - grupo de foi submetido a cinco ciclos de microondas; MO10 - grupo de foi submetido a dez ciclos de microondas; MO15 - grupo de foi submetido a quinze ciclos de microondas; MO20 - grupo de foi submetido a vinte ciclos de microondas; AP1 - grupo de foi submetido a uma imersão em ácido peracético; AP5 - grupo de foi submetido a cinco imersões em ácido peracético; AP10 - grupo de foi submetido a dez imersões em ácido peracético; AP15 - grupo de foi submetido a quinze imersões em ácido peracético, AP20 - grupo de foi submetido a vinte imersões em ácido peracético.

Os dez corpos de prova de cada grupo foram colocados em recipiente contendo 100 mL de água deionizada e armazenados em estufa à 37°C como mostra a Figura 46.



Figura 46. Corpos de prova imersos em água deionizada e armazenados em estufa

Os corpos de prova do grupo controle (C) permaneceram durante 20 meses (± 2 dias) imersos em água deionizada e mantidos na estufa à 37°C. Após este tempo foram submetidos aos ensaios já descritos.

Os do MO1 permaneceram durante 50 horas (± 2 horas) na estufa à 37°C, e logo após foram irradiados no forno de microondas durante 60 segundos com uma potência de 840 W (1º ciclo). A seguir foram realizados os ensaios.

Os do MO5 permaneceram durante 50 horas (± 2 horas) na estufa, e logo após foram irradiados no forno de microondas (1º ciclo). A seguir foram colocados novamente em água deionizada e mantidos durante 30 dias na estufa à 37°C. Após este tempo foram irradiados no forno de microondas (2º ciclo) e retornaram para a estufa por mais 30 dias, e assim sucessivamente até completar 5 ciclos de irradiação. Após 5 meses (± 2 dias) os corpos de prova foram submetidos aos ensaios.

Os do MO10, MO15 e MO20 seguiram os mesmos procedimentos descritos para os do MO5, o que variou foi o período de tempo para a realização dos ensaios, que para MO10 foi após 10 meses, MO15 após 15 meses e MO20 após 20 meses.

Os corpos de prova do grupo AP1 permaneceram durante 50 horas (± 2 horas) na estufa à 37°C, e logo após foram imersos em ácido peracético (1 imersão). A seguir foram realizados os ensaios.

Os do AP5 permaneceram durante 50 horas (± 2 horas) na estufa, e logo após foram imersos em ácido peracético (1ª imersão). A seguir foram colocados novamente em água

deionizada e mantidos durante 30 dias na estufa à 37°C. Após este tempo foram imersos em ácido peracético (2ª imersão) e retornaram para a estufa por mais 30 dias, e assim sucessivamente até completar 5 imersões em ácido peracético. Após 5 meses (± 2 dias) os corpos de prova foram submetidos aos ensaios.

Os do grupo AP10, AP15 e AP20 seguiram os mesmos procedimentos descritos para o grupo AP5, o que variou foi o período e tempo para a realização dos ensaios, que para AP10 foi após 10 meses, AP15 após 15 meses e AP20 após 20 meses.

A cada 30 dias o meio de armazenagem (água deionizada) de cada grupo foi renovado.

5.6.3 Ensaios realizados

Os ensaios realizados são aqueles descritos no item 4, além da análise da rugosidade da superfície do material, que foi realizada através de rugosímetro digital utilizando parâmetro R_a e Microscopia de Força Atômica também com o parâmetro R_a .

Este ensaio foi realizado no grupo C (controle) no MO1 (1 ciclo de desinfecção) e AP1 (uma imersão em ácido peracético). De cada grupo foram analisados três corpos de prova. Em cada corpo de prova foi determinada a rugosidade de dez campos previamente definidos numa área superficial de 10 mm². A média do valor obtido nestes dez campos foi a medida utilizada para o cálculo da rugosidade.

A análise foi realizada no mesmo corpo de prova, antes e depois da aplicação dos métodos de desinfecção.

A topografia da superfície do material foi avaliada por meio da microscopia de força atômica.

Nesta fase do trabalho também foi realizada a Análise Dinâmico-Mecânica (DMA), que permite verificar alterações que ocorrem no material através da variação do módulo de perda em função da temperatura.

5.6.4 Resultados e discussão

Para a rugosidade, determinada com rugosímetro, foi utilizado ANOVA para amostras dependentes com teste de comparações múltiplas de Tukey: nível de significância de 5%.

Os resultados encontrados foram os seguintes: o grupo controle, comparando os resultados antes e depois da imersão em água deionizada por 5 minutos, mostrou não haver diferença estatística significativa a 5%, pois a média e desvio padrão antes e depois foi de $0,03 \mu\text{m} \pm 0,01 \mu\text{m}$.

O grupo MO1, após 1 ciclo de irradiação, mostrou diferença estatisticamente significativa a 5%. A média e desvio padrão antes foi de $0,04 \mu\text{m} \pm 0,01 \mu\text{m}$ e depois de $0,08 \mu\text{m} \pm 0,01 \mu\text{m}$. Logo, após o tratamento houve um aumento significativo da rugosidade do material.

O grupo AP1, após uma imersão em ácido peracético, mostrou que não houve diferença estatisticamente significativa a 5%. A média e desvio padrão antes e depois foi de $0,04 \mu\text{m} \pm 0,01 \mu\text{m}$.

A análise da rugosidade por meio da Microscopia de Força Atômica foi realizada em amostras independentes, pois este método de análise é destrutivo. Assim uma amostra pertencia ao grupo controle, e as outras duas ao grupo MO1 e AP1.

A análise da rugosidade e da topografia da superfície do material mostrou que a amostra do grupo controle e a do grupo de desinfecção com ácido peracético (AP1) foram semelhantes.

A análise com rugosímetro, que foi realizada na mesma amostra avaliada por Microscopia de Força Atômica, mostrou que a rugosidade do grupo controle apresentou R_a de $0,03 \mu\text{m}$, a do grupo MO1 de $0,08 \mu\text{m}$ e a do AP1 de $0,04 \mu\text{m}$.

As Figuras 47a, 47b e 47c mostram o aspecto da superfície dos corpos de prova avaliados por meio da Microscopia de Força Atômica, sendo que no grupo controle o R_a foi de 6 nm, no AP1 foi de 6 nm e no MO1 de 10 nm.

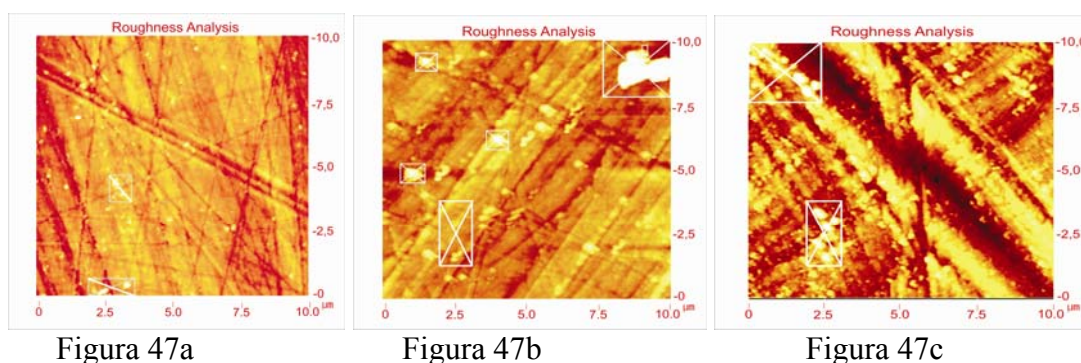


Figura 47. **a** - aspecto da superfície da amostra do grupo controle; **b** – aspecto da superfície da amostra do grupo AP1; **c** - aspecto da superfície da amostra do grupo MO1

Regiões assinaladas nas Figuras 47a, 47b e 47c foram desconsideradas na análise.

As Figuras 48a, 48b e 48c mostram a topografia da amostra do grupo controle, do AP1 e do MO1 em 3D, respectivamente. O relevo das superfícies do grupo controle e AP1 são semelhantes, mas no MO1 os picos e os vales são mais proeminentes, o que foi mostrado pelos valores de rugosidade obtidos.

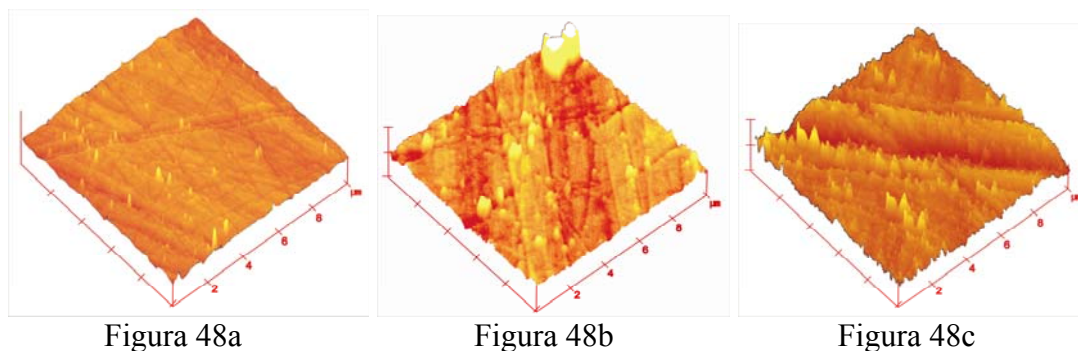


Figura 48. **a** - topografia da superfície da amostra do grupo controle; **b** - topografia da superfície da amostra do grupo AP1; **c** - topografia da superfície da amostra do grupo MO1

Os sulcos na superfície das amostras do grupo controle, AP1 e MO1 são provenientes das lixas de acabamento. Estes sulcos permaneceram após o polimento realizado na superfície do material.

Estes resultados se repetiram em todos os três campos analisados em cada uma das amostras do grupo controle, AP1 e MO1.

A análise dinâmico-mecânica foi realizada num intervalo de temperatura de -50°C a 200°C com taxa de aquecimento de 3°C por minuto e frequência de um hertz. A amostra do grupo controle mostrou que, além da relaxação α (alfa) em torno de 106°C (que corresponde a T_g), o material apresenta uma relaxação secundária beta (β) em 19°C (fig. 49). As relaxações secundárias são importantes em polímeros metacrílicos. Talvez, um dos mais importantes efeitos destas relaxações secundárias nas propriedades macroscópicas destes polímeros, seja a tenacidade ou a alta resistência ao impacto que estes apresentam. Esta relaxação é atribuída à tensão causada pela orientação interna dos grupos laterais, que executam movimentos rotacionais em torno da ligação que os unem à cadeia principal, ou por defeitos que ocorrem durante o empacotamento no estado vítreo. Estudos do comportamento dinâmico-mecânico desses polímeros mostraram regiões de relaxação β (beta) e γ (gama), além da relaxação principal α . Nestes estudos a relaxação β é atribuída ao rearranjo rotacional dos grupos laterais COO em torno da cadeia principal. Mas, embora seja amplamente aceito que a

relaxação β em polímeros metacrílicos esteja associada à rotação intramolecular do grupo COO, também há evidências que esta relaxação esteja associada às interações intermoleculares.¹⁰⁷⁻¹⁰⁸

Como, estas relaxações são comum nos PMMA, este fenômeno ocorre tanto na amostra do grupo controle como na do grupo com uma e com cinco irradiações no forno de microondas, como mostram respectivamente as Figuras 49, 50 e 51. Entretanto, a área deste sinal é maior nas amostras irradiadas em comparação com a amostra do grupo controle. A energia de perda durante esta relaxação (β) é de 1388 MPa/min para a amostra com uma irradiação e de 1440 MPa/min para a com cinco irradiações, enquanto a do controle é de 1333 MPa/min. Nesta análise (DMA) observa-se também que a Tg do material aumentou após a irradiação com microondas. A energia absorvida na relaxação secundária (β) influencia a resistência ao impacto apresentada pelo material. Assim, o aumento da resistência ao impacto Izod apresentada pela amostra, após a irradiação com microondas, pode ser explicada pela energia absorvida neste tipo de relaxação.

A Figura 49 mostra a análise de DMA da amostra do grupo controle, onde no módulo de perda observa-se uma relaxação na temperatura de 19 °C e a Tg em 106°C.

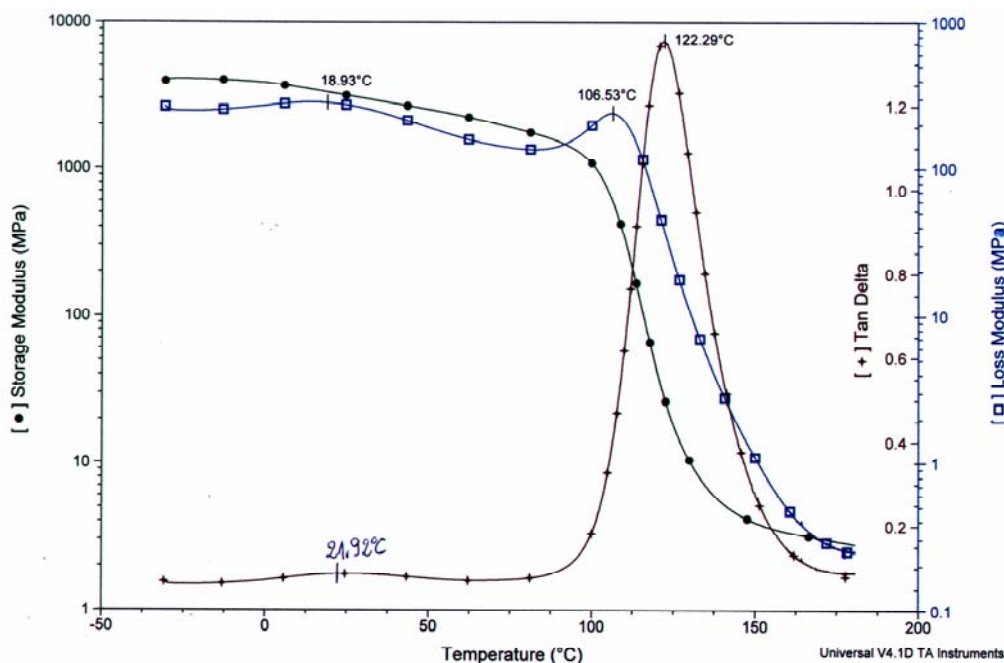


Figura 49. DMA da amostra do grupo controle

A Figura 50 mostra a análise de DMA da amostra do grupo MO1, onde no módulo de perda observa-se uma relaxação na temperatura de 17 °C e a Tg em 113°C.

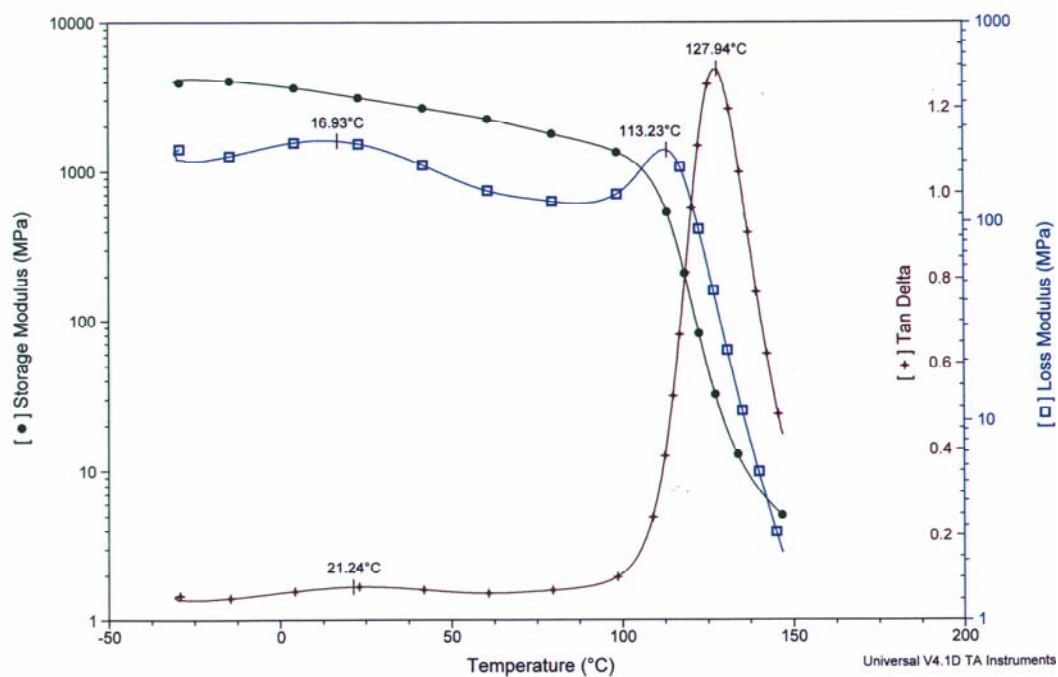


Figura 50. DMA da amostra do grupo MO1

A Figura 51 mostra a análise de DMA da amostra do grupo MO5, onde no módulo de perda observa-se uma relaxação na temperatura de 17 °C e a Tg em 113° C

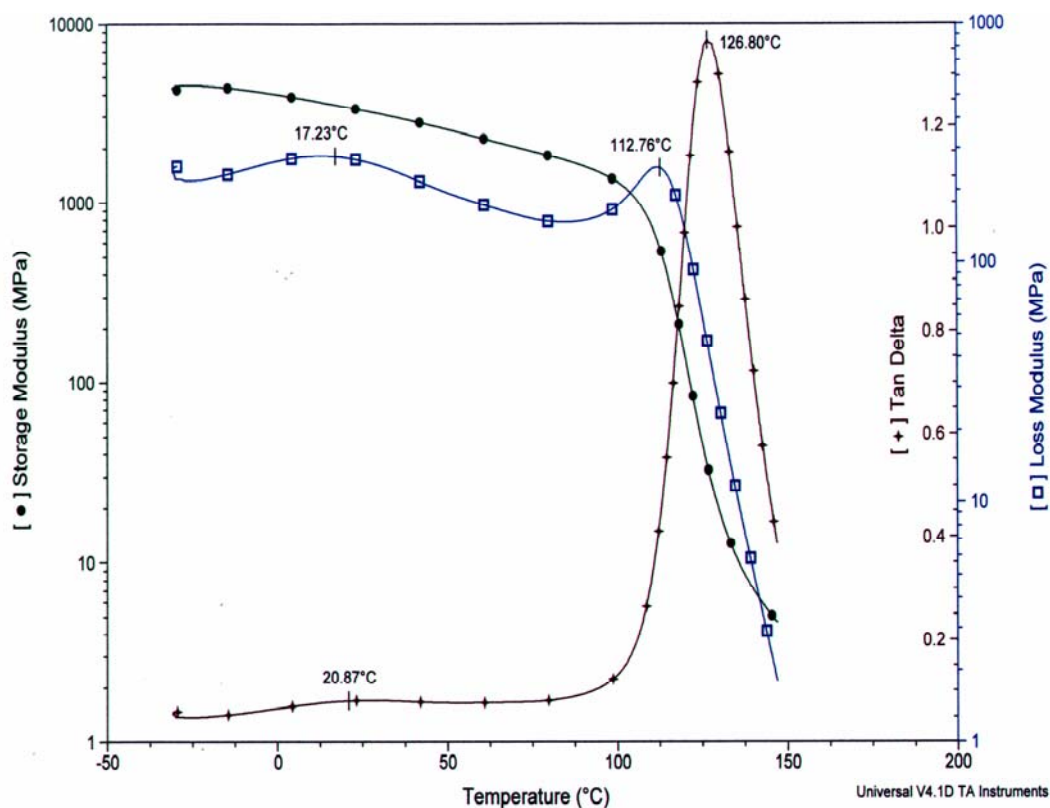


Figura 51. DMA da amostra do grupo MO5

As variáveis: resistência ao impacto Izod, microdureza, Tg, sorção e solubilidade, massa específica, resistência e módulo de flexão foram analisadas pela ANOVA com teste de comparações múltiplas de Tukey com nível de significância de 5%.

As Tabelas VII e VIII mostram os resultados obtidos nas variáveis: resistência ao impacto Izod, microdureza, Tg, sorção e solubilidade, massa específica, resistência e módulo de flexão, comparando todos os grupos.

Tabela VII. Variáveis analisadas nos grupos: Controle (C), Microondas (MO) e Ácido Peracético (AP). Dados expressos como média \pm desvio padrão

Grupos	Variáveis							
	Resistência ao Impacto J/m	Microdureza KHN	Massa específica g/cm ³	Sorção $\mu\text{g}/\text{mm}^3$	Solubil. $\mu\text{g}/\text{mm}^3$	Tg °C	R. Flex MPa	Mód.Flex. MPa
Controle	111 \pm 9	20 \pm 1	1,19 \pm 0	25 \pm 2	0,9 \pm 0,1	103 \pm 1	93 \pm 10	2551 \pm 62
AP1	111 \pm 9	20 \pm 1	1,19 \pm 0	25 \pm 1	0,8 \pm 0,1	103 \pm 1	93 \pm 9	2560 \pm 59
AP5	111 \pm 10	20 \pm 1	1,19 \pm 0	25 \pm 1	0,8 \pm 0,1	103 \pm 1	93 \pm 9	2545 \pm 52
AP10	111 \pm 9	20 \pm 1	1,19 \pm 0	26 \pm 2	0,9 \pm 0,1	102 \pm 1	94 \pm 10	2539 \pm 52
AP15	110 \pm 9	20 \pm 1	1,19 \pm 0	26 \pm 1	0,9 \pm 0,1	103 \pm 1	92 \pm 10	2541 \pm 59
AP20	111 \pm 9	20 \pm 1	1,19 \pm 0	24 \pm 2	0,9 \pm 0,1	103 \pm 1	92 \pm 12	2546 \pm 68
MO1	127 \pm 11	24 \pm 1	1,20 \pm 0	12 \pm 1	0,2 \pm 0,1	109 \pm 1	93 \pm 10	2552 \pm 106
MO5	117 \pm 9	23 \pm 1	1,20 \pm 0	12 \pm 1	0,2 \pm 0,1	104 \pm 1	92 \pm 16	2542 \pm 107
MO10	118 \pm 8	22 \pm 1	1,19 \pm 0	12 \pm 1	0,1 \pm 0,1	103 \pm 1	89 \pm 16	2606 \pm 133
MO15	113 \pm 11	22 \pm 1	1,19 \pm 0	12 \pm 1	0,1 \pm 0,1	103 \pm 1	88 \pm 17	2625 \pm 118
MO20	95 \pm 7	23 \pm 1	1,19 \pm 0	11 \pm 1	0,1 \pm 0,1	103 \pm 1	84 \pm 12	2782 \pm 104

Tabela VIII. Diferenças entre os grupos

Grupos	Controle X Ácido Peracético	Controle X Microondas
Resistência ao impacto Izod	ns	Controle X 1 ciclo (p=0,001)** Controle X 20 ciclos (p=0,002)**
Microdureza	ns	Controle difere de todos os grupos (p<0,000)**
Massa específica	ns	Controle X 1 ciclo (p=0,000)** Controle X 5 ciclos (p=0,019)**
Sorção	ns	Controle difere de todos os grupos (p<0,000)**
Solubilidade	ns	Controle difere de todos os grupos (p<0,000)**
Temperatura de transição vítrea	ns	Controle X 1 ciclo (p=0,006)**
Resistência à Flexão	ns	Controle X 20 ciclos (p=0,001)**
Módulo de Flexão	ns	Controle X 20 ciclos (p=0,002)**

ns: não significativo

** : significativo a 1%

ANOVA com teste de comparações múltiplas de Tukey

Os resultados mostram que todas as variáveis do grupo controle quando comparadas com aquelas do grupo de desinfecção com ácido peracético não apresentaram diferença estatisticamente significativa.

O grupo controle comparado com o de desinfecção por microondas mostra que:

- 1) resistência ao impacto Izod foi maior no grupo MO1; nos grupos MO5, MO10, MO15 foram semelhantes a do grupo controle e no MO20 a resistência ao impacto Izod foi menor que no grupo controle;
- 2) microdureza Knoop foi menor no grupo controle, sendo que em MO1, MO5, MO10, MO15 e MO20 foram semelhantes entre si;
- 3) massa específica foi maior no MO1 e MO5, sendo que em MO10, MO15 e MO20 foi semelhante entre si e ao grupo controle;
- 4) sorção e solubilidade foram maiores no grupo controle, sendo que em MO1, MO5, MO10, MO15, e MO20 foram semelhantes entre si;
- 5) temperatura de transição vítrea foi maior em MO1, sendo que em MO5, MO10, MO15, e MO20 foi semelhante entre si;

6) resistência à flexão foi menor em MO20, já nos grupos MO1, MO5, MO10, MO15 foi semelhante entre si e o grupo controle;

7) módulo de flexão foi maior em MO20 e nos grupos MO1, MO5, MO10, MO15 foi semelhante entre si e o grupo controle.

O grau de conversão monômero/polímero, obtido por microespectroscopia Raman, mostrou que no grupo controle foi de 88% no início do experimento e após os 20 meses de envelhecimento. No grupo AP também foi de 88% após a primeira imersão e após 20 imersões. No grupo MO1 foi de 94% e nos grupos MO5, MO10, MO15 e MO20 não foi possível obter um espectro bem definido mostrando que houve alguma alteração no material.

Após 20 ciclos de irradiação, o material apresentou uma redução significativa na resistência ao impacto Izod, bem como na resistência à flexão, enquanto que o módulo de flexão e a microdureza aumentaram. Este fato demonstra que o material ficou mais rígido. Os vários ciclos de irradiação no forno de microondas devem ter rompido ligações moleculares e/ou ligações cruzadas da cadeia polimérica promovendo alteração no polímero.

Já a desinfecção com ácido peracético não alterou as propriedades do material ao longo do tempo de avaliação.

Com relação à análise da superfície, observou-se que a irradiação no forno de microondas, já no primeiro ciclo, aumentou a rugosidade do material, quando comparada com a rugosidade do grupo submetido à desinfecção com ácido peracético e o grupo controle.

Os corpos de prova que foram utilizados no ensaio de sorção e solubilidade apresentaram deformação (empenamento). Este fenômeno aconteceu em todos os corpos de prova, de todos os grupos, só que aqueles irradiados no forno de microondas apresentaram uma deformação muito superior a dos outros grupos. A espessura, muito fina ($\pm 0,5$ mm), dos corpos de prova e o fato de estarem armazenados em água à 37°C, por si só proporcionaram uma deformação no material. Este fenômeno de deformação não foi observado nos corpos de prova de formato retangular com 64,00 x 10,00 x 3,00 mm, provavelmente pela maior espessura do material.

A Figura 52a mostra o empenamento dos corpos de prova do grupo controle após 20 meses de envelhecimento e a Figura 52b mostra o empenamento dos corpos de prova do grupo MO20 após 20 meses de envelhecimento. Os corpos de prova apresentaram deformação nas suas bordas de maneira que não ficam justapostos à superfície de contato. A deformação ocorrida no grupo MO20 foi maior que aquela do grupo controle. Este fenômeno já se mostrou a partir da aplicação de cinco ciclos de irradiação no forno de microondas.

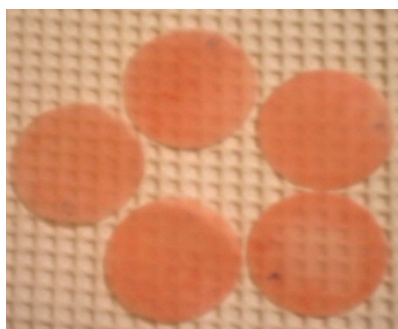


Figura 52a

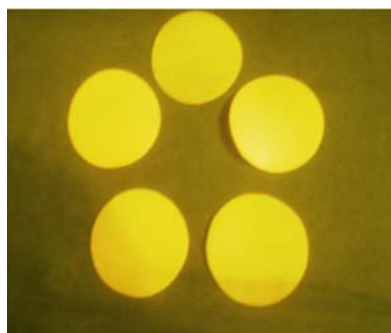


Figura 52b

Figura 52. a - Empenamento dos corpos de prova do grupo controle; b - Empenamento dos corpos de prova do grupo MO20

5.6.5 Conclusões

Com base neste trabalho pode-se concluir que:

- 1) a irradiação no forno de microondas, como técnica de desinfecção por longo período de tempo não deve ser aconselhada;
- 2) a técnica de desinfecção com ácido peracético 1,3% ao longo do tempo de investigação não alterou as propriedades do material, assim pode ser recomendada, principalmente por ser segura, limpa, e de fácil execução.

Cabe ressaltar, que após a polimerização do material, quando o mesmo foi submetido a um ciclo de polimerização adicional no forno de microondas (durante 60 s com uma potência de 840 W), todas as propriedades tiveram um aumento estatisticamente significativo. Assim, pode-se preconizar este procedimento, pois além de promover a desinfecção, também aumenta o grau de conversão monômer/polímero, o que pode um melhorar o desempenho clínico do material.

6 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Os resultados encontrados neste trabalho permitem as seguintes considerações:

a. o grau de conversão monômero/polímero é a característica determinante para as melhores/piores propriedades apresentadas pelos três tipos de resinas; as resinas tipo 1 (termicamente polimerizadas) e 5 (polimerizada por microondas, das duas marcas comerciais (Dental VIPI Ltda e Clássico Ltda), apresentaram propriedades semelhantes, embora às vezes tenham apresentado diferença estatisticamente significativa em alguma propriedade; mas sempre dentro das especificações exigidas pela norma ISO1567

b. as resinas tipo 2 – quimicamente ativadas, das duas marcas comerciais, apresentaram propriedades semelhantes entre si, porém sempre inferiores às demais resinas.

Estas divergências entre uma marca e a outra pode ser atribuída, além do tipo de polimerização, também à composição e/ou concentração dos componentes presentes no pó e no líquido.

Com relação à presença de fibras de *nylon* e de corante verificou-se que estes não influenciam as propriedades do material.

Em relação ao ciclo de polimerização, independente da marca comercial, constatou-se que o ciclo recomendado pelo fabricante da resina foi o que forneceu melhores resultados, entretanto não houve conversão total dos monômeros em polímero.

Em relação aos métodos de desinfecção (irradiação no forno de microondas e imersão em ácido peracético), constatou-se que ambos foram capazes de eliminar *Candida albicans* da superfície das resinas acrílicas.

Em relação à influência dos métodos de desinfecção sobre as propriedades do material, constatou-se que após o primeiro ciclo de irradiação no forno de microondas, todas as propriedades do material foram melhores, exceto a rugosidade que apresentou aumento significativo. Após 20 ciclos de irradiação no forno de microondas observa-se alteração estatisticamente significativa nas propriedades do material.

Com a imersão em ácido peracético, observa-se que este não alterou as propriedades do material em nenhum tempo de avaliação.

Desta forma conclui-se que um ciclo de irradiação no forno de microondas (após a polimerização do material) deve ser recomendado, visto que melhorou as propriedades do material, e também foi eficaz como método de desinfecção.

A imersão em ácido peracético deve ser recomendada para desinfecção, visto que no período de tempo avaliado não influenciou as propriedades do material.

7 PERSPECTIVAS DE FUTUROS TRABALHOS

A partir, de todas as informações obtidas durante a realização destes experimentos, pode-se concluir que as resinas acrílicas são materiais que apresentam propriedades decorrentes da sua composição e técnica de polimerização.

Assim, modificações na composição e/ou na técnica de polimerização e/ou na técnica de acabamento e polimento poderiam ser investigadas com a finalidade de melhorar as propriedades e com isso também o desempenho clínico do material.

REFERÊNCIAS

1. Lima-Costa, M.A.; Veras, R. Saúde Pública e Envelhecimento. *Cad. Saúde Publica*. 2003, 19, 700.
2. Ettinger, R.L. Oral disease and its effects on the quality of life. *Gerodontics*. 1987, 3, 103.
3. Kiyak, H.A.; Mulligan, K. Studies of the relationship between oral health and psychological wellbeing. *Gerodontics*. 1987, 3, 109.
4. Bowen, W.H.; Tabak, L.A. *Cariologia para a Década de 90*; Santos: Rio de Janeiro, 1995
5. Lindhe, J. *Tratado de Peridontologia Clínica*; Guanabara Koogan: Rio de Janeiro, 1992
6. Moskona, D.; Kaplan, I. *Clin. Prev. Dent*. 1992, 14, 1.
7. Helft, M.; Cardash, H.S.; Rones, B.; Ben-Ur, Z. The prevalence of denture related injuries in patients resident at two Israeli geriatric hospitals. *Gerodontol*. 1986, 5, 123.
8. Barbachan, J.J.D. *et al*. Estudo clínico da estomatite protética: avaliação preliminar. *Rev. Fac. Odontol. Porto Alegre*. 1995, 36, 27.
9. Zanetti, R.V.; Zanetti A.L.; Lagana D.C.; Feltrin P.P. Estudo de 60 pacientes portadores de prótese parcial removível: avaliação clínica das lesões nas áreas de suporte da mucosa bucal. *RPG*. 1996, 3, 175.
10. Nevalainen, M.J.; Narhi, T.O.; Ainamo, A. Oral mucosa lesions and oral hygiene habits in the home-living elderly. *J. Oral. Rehab*. 1997, 24, 332.
11. Silva, C.H.L.; Paranhos, H.F.O.; Ito, I.Y. Evidenciadores de biofilme em prótese total: avaliação clínica e antimicrobiana. *Pesqui. Odontol. Bras*. 2002, 16, 270.
12. Hazen, K.L.; Brawner, D.L.; Riesselman, M.H.; Jutila, M.A.; Cutler, J.E. Differential adherence to hydrophobic and hydrophilic *Candida albicans* yeast cells to mouse tissues. *Infect. Immun*. 1991, 59, 907.
13. Samaranayake, Y.H.; WU, P.C.; Samaranayake, L.P.; SO, M. Relationship between the cell surface hydrophobicity and adherence of *Candida albicans* and *Candida kruzei* to epithelial and denture acrylic surfaces. *APMIS*. 1995, 103, 707.
14. Budtz-Jorgensen, E.; Bertram, U. Denture Stomatitis: The etiology in relation to trauma and infection. *Acta Odontol. Scand*. 1970, 28, 71.
15. Crockett, D.N.; O'Grady, J.F.; Reade, P.C. *Candida species* and *Candida albicans* morphotypes in erythematous candidiasis. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol*. 1992, 73, 559.

16. Pendrak, M.L.; Klotz, S.A. Adherence of *Candida albicans* to host cells. *FEMS Microbiol. Lett.* 1995, 129, 103.
17. Padilha, D.M. P.; Souza, M. A. L. Estudo dentário e edentulismo observados em dois grupos de idosos no Brasil e na Inglaterra. *Rev. Odonto. Cienc.* 1997, 12, 67.
18. Chassot, A.L.C. Avaliação da eficácia do ácido peracético como desinfetante de resinas acrílicas. Dissertação, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001.
19. Banting, D.W.; Hill, S.A. Microwave disinfection of dentures for the treatment of oral candidiasis. *Spec. Care Dentist.* 2001, 21, 4-8.
20. Anusavice, K.J.(Ed). *Phillips Materiais Dentários*. 10^a ed.; Guanabara Koogan: Rio de Janeiro, 2000.
21. Peyton, F. History of resins in Dentistry. *Dent. Clin. North Am.* 1975, 19, 211.
22. International Standartization for Organization; *I567: Dentistry – Denture base polymers*. 3rd ed. Switzerland, 1999.
23. Lee, S. Y.; Lai, Y. I.; Hsu, T. S. Influence of polymerization conditions on monomer elution and microhardness of autopolymerized polymethyl methacrylate resin. *Eur J Oral Sci.* 2002, 110, 179.
24. Canevarolo Jr., S. V. *Técnicas de Caracterização de Polímeros*. 1^a ed.; Artliber: São Paulo, 2004.
25. Niishi, M. Studies on the curing of denture base resins with microwave irradiation with particular reference to heat-curing resins. *J. Osaka Dent.* 1968, 2, 23.
26. Ilbay, S.G.; Guvener, S.; Alkumru, H.N. Processing dentures using a microwave technique. *J. Oral Rehabil.* 1994, 21, 103.
27. De Clerk, J.P. Microwave polymerization of acrylic resins used in dental protheses. *J. Prosthet. Dent.* 1987, 57, 650.
28. Lamb, D.J.; Ellis, B.; Priestley, D. The effects of process variables on level of residual monomer in autopolymerizing dental acrylic resin. *J. Dent.* 1983, 11, 80.
29. Thylman, S.D.; Peyton, F.A. *Acrylics and other synthetic resins used in Dentistry*; Lippincott: Philadelphia, 1946.
30. Fortes, C.B.B.; Ogliari, F.A.; Collares, F.M.; Campregher, U.B.; Samuel, S.M.W. Resistência Flexural de resina acrílica polimerizável em microondas. *Rev. Fac. Odonto.* 2004, 45, 54.

31. Noort, van R.; *Introdução aos Materiais Dentários*. 2ª ed.; Artmed: Porto Alegre, 2004.
32. Radford, D.R.; Sweet, S.P.; Challacombe, S.J.; Walter, J.D. Adherence of *Candida albicans* to denture-base materials with different surface finishes. *J. Dent.* 1996, 26, 577.
33. Leitão, J.; Hegdahl, T. On the measuring of roughness. *Acta Odontol. Scand.* 1981, 39, 379.
34. Busscher, H.J.; Van Pelt, A.W.J.; DE Boer, P.; DE Jong, H.P. The effect of surface roughening of polymers on measured contact angles of liquids. *J. Colloids Surfaces.* 1984, 9, 319.
35. Verran, J.; Lees, G.; Shakespeare, A.P. The effect of surface roughness on the adhesion of *Candida albicans* to acrylic. *Biofiling.* 1991, 3, 183.
36. Polyzois, G.L.; Zissis, A. J.; Yannikakis, S.A. The effect of glutaraldehyde and microwave disinfection on some properties of acrylic resin. *Int. J. Prosthodont.* 1995, 8, 150.
37. Cogo, D.M.; Cremonese, R.V.; Rangel, S.M.; Samuel, S.M.W. Efeito de técnicas alternativas de polimento sobre a rugosidade superficial de resinas acrílicas. In: Salão de Iniciação Científica, 14, 2002, Porto Alegre. *Livro de Resumos*. UFRGS.PROPESQ, 2002, p. 595-596.
38. Phillips, R.W. *Skinner Materiais Dentários*. 9ª ed.; Guanabara Koogan: Rio de Janeiro, 1993.
39. Fotos, P.G.; Hellstein, J.W. *Candida* and candidosis. *Dent. Clin. North Am.* 1992, 36, 857.
40. Darwazeh, A.M.; AL-Refai, S.; AL-Mojaiwel, S. Isolation of *Candida species* from oral cavity and fingertips of complete denture wearers. *J. Prosth. Dent.* 2001, 86, 420.
41. Pires, L.C. *Manual de biossegurança para estabelecimentos odontológicos*; Secretaria Municipal de Saúde: Porto Alegre, 1998.
42. Laskaris, G.; Dent. Oral manifestations of infectious diseases. *Clin. North Am.* 1996; 40, 395.
43. Wilson, J. The aetiology, diagnosis and management of denture stomatitis. *Br. Dent. J.* 1998, 185, 380.
44. Chandra, J. *et al.* Antifungal resistance of *Candida* biofilms formed on denture acrylic *in vitro*. *J. Dent. Res.* 2001, 80, 903.
45. Coelho, C.M.P; Sousa, Y.T.C.S.; Daré, A.M.Z. Denture: related oral mucosa lesions in a Brazilian school of dentistry. *J. Oral Rehabil.* 2004, 31, 135.

46. Budtz-Jørgensen, E. Oral mucosa lesions associated with the wearing of removable dentures. *J. Oral Pathol.* 1981, 10, 65.
47. Budtz-Jørgensen, E.; Theilade, E.; Theilade, J. Quantitative relationship between yeasts and bacteria in denture-induced stomatitis. *Scand. J. Dent. Res.* 1983, 91, 134.
48. Theilade, E.; Budtz-Jørgensen, E.; Theilade, J. Predominant cultivable microflora of plaque on removable dentures in patients with healthy oral mucosa. *Archs. Oral Biol.* 1983, 28, 675.
49. Theilade, E.; Theilade, J. Formation and ecology of plaques at different locations in the mouth. *J. Dent. Res.* 1985, 64, 90.
50. Budtz-Jørgensen, E. Etiology, pathogenesis, therapy and prophylaxis of oral yeasts infections. *Acta Odontol. Scand.* 1990, 48, 61.
51. Ellepola, A.N.B.; Samaranayake, L.P. Adhesion of oral *Candida albicans* isolates to denture acrylic following limited exposure to antifungal agents. *Archs. Oral Biol.* 1998, 43, 999.
52. Lockhart, S.R. *et al.* Natural defenses against *Candida* colonization breakdown in the oral cavities of the elderly. *J. Dent. Res.* 1999, 78, 857.
53. Golegã, A.A.C. *et al.* *Controle de infecções e a prática odontológica em tempos de AIDS: Manual de Condutas*; Ministério da Saúde: Brasília, 2000.
54. McNeill, M.R.; Coulter, W.A.; HUSSEY, D.L. Disinfection of irreversible hydrocolloid impressions: a comparative study. *Int. J. Prosthodont.* 1992, 5, 563.
55. Brace, M.L.; Plumer, K.D. Practical denture disinfection. *J. Prosthet. Dent.* 1993, 40, 538.
56. Guandalini, S.L.; Melo, N.S.F.O.; Santos, E.C.P. *Como controlar a infecção na Odontologia*. Gnatus: Ribeirão Preto, 1997.
57. Sharbaugh, R. J. Decontamination: principles of disinfection. In: Reichert, M.; Young, J.H.(Ed.); *Sterilization technology for the health care facility*. 2nd ed.; Aspen Publishers: Gaithersburg, MD, 1997. cap. 3, p. 21-28.
58. Rutala, W.A.; Webber, D.J. Disinfection of endoscopes: review of new chemical sterilants used for high-level disinfection. *Infect. Control Hosp. Epidemiol.* 1999, 20, 69.
59. Rohrer, M.D.; Bulard, R.A. Microwave sterilization. *J. Am. Dent. Assoc.* 1985, 110, 194.
60. Council on Dental Materials and Devices and Council on Dental Therapeutics. Infection control in the dental office. *J. Am. Dent. Assoc.* 1978, 97, 673.

61. Guimarães Jr., J. Controle de infecção cruzada no consultório odontológico. *Rev. Ass. Paul. Cirurg. Dent.* 1992, 46, 711.
62. BSG Endoscopy Committee Working Party. Cleaning and disinfection of equipment for gastrointestinal endoscopy. *GUT*, 1998, 42, 585.
63. Rutala, W.A. Clinical effectiveness of low-temperature sterilization technologies. *Infect. Control Hosp. Epidemiol.* 1998, 19, 798.
64. Rutala, W.A.; Gergen, M.F.; Webber, D.J. Comparative evaluation of the sporicidal activity of new low-temperature sterilization technologies: ethylene oxide, plasma sterilization systems and liquid peracetic acid. *Am. J. Infect. Control.* 1998, 26, 393.
65. Stanley, P.M. Efficacy of peroxygen compounds against glutaraldehyde-resistant mycobacteria. *Am. J. Infect. Control.* 1999, 27, 339.
66. Center for Disease Control and Prevention. Recommended infection control practices for Dentistry, 1993, 42, RR-8.
67. Koda, E.; Norcia, C.P. *Sterilife: Manual do Usuário* (São Paulo):Lifemed, 1999.21p.
68. Instituto de Tecnologia do Paraná. Núcleo de Qualidade em Saúde e Meio Ambiente. Laboratório de Microbiologia. Laudo Técnico nº 52.260- 98000911, Curitiba, 1998.
69. Instituto de Tecnologia do Paraná. Núcleo de Qualidade em Saúde e Meio Ambiente. Laboratório de Ensaio Biológicos. *Ensaio de irritação cutânea primária*: Laudo Técnico nº 52.260- 98000911, Curitiba, 1998.
70. _____. *Ensaio de irritabilidade ocular*: laudo técnico nº 52.260- 98000912, Curitiba, 1998.
71. Young, J. H. New Sterilization Technologies. In: Reichert, M.; Young, J. H. (Ed). *Sterilization Technology for the health care facility*. 2nd. Ed. Gaithersburg, MD.; Aspen Publishers, 1997.
72. <http://educar.sc.usp.br/optica/luz.htm>
73. Sanseverino, A.M. Microondas em síntese orgânica. *Quim. Nova*, 2002, 25, 660.
74. Al Doori. *et al.* A comparison of denture base acrylic resins polymerized by microwave irradiation and by conventional water bath curing systems. *Dent. Mater.* 1988, 4, 25
75. Burns, D.R.; Kazanoglu, A.; Moon, P.C.; Gunsolley, J.C. Dimensional stability of acrylic resin materials after microwave sterilization. *Int. J. Prosthodont.* 1990, 3, 489.

76. Najdovski, L.; Dragas, A.Z.; Kotnik, V. The killing activity of microwaves on some non-sporogenic and sporogenic medically important bacterial strains. *J. Hosp. Infect.* 1991, 19, 239.
77. Dixon, D.L.; Cardenzana, A.; Drake, D.; Breeding, L.C.; Waltons, S. Microwave irradiation of denture materials colonized with *Candida albicans*. *J. Dent. Res.* 1992, 71, 301.
78. Thomas, C.J.; Webb, B.C. Microwaving of acrylic dentures. *Eur. J. Prosthodont. Restor. Dent.* 1995, 3, 179.
79. Baysan, A.; Whiley, R.; Wright, P.S. Use of energy to disinfect a long term soft lining materials contaminated with *Candida albicans* or *Staphylococcus aureus*. *J. Prosthet. Dent.*, 1998, 79, 454.
80. Dixon, L.D.; Breeding, L.C.; Faler, T.A. Microwave disinfection of denture base materials colonized with *Candida albicans*. *J. Prosthet. Dent.* 1999, 81, 207.
81. D. J. Gardiner; P.R. Graves (Ed.). *Practical Raman Spectroscopy*; Springer-Verlag. Berlin, Heidelberg, 1989.
82. Pretsch E, Buhlmann P, Affolter C. *Structure determination of Organic Compounds: Tables of spectral Data*. 3rd ed. Berlin: Springer; 2004. p. 248-50.
83. Pretsch E, Buhlmann P, Affolter C. *Structure determination of Organic Compounds: Tables of spectral Data*. 3rd ed. Berlin: Springer; 2004. p. 286-88.
84. American Society for Testing and Materials; *ASTM*. D 256 – Izod Impact; 1998; 08.01:1.
85. American Society for Testing and Materials; *ASTM*. 792 – Density; 1998; 08.01: 153.
86. Graziani, M. *Prótese Maxilo-Facial*. 2nd ed. Científica: Rio de Janeiro, 1956.
87. Woelfel, J.B. Newer materials and techniques in prosthetic resin materials. *Dent. Clin. North Am.* 1971, 15, 67.
88. Ruyter, I. E.; Oysaed, H. Conversion in denture base polymers. *J. Biomed. Mater. Res.* 1982, 16, 741.
89. Vallittu, P. K.; Miettinen, V.; Alakuijala, P. Residual monomer content and its release into water from denture base materials. *Dent. Mat.* 1995, 11, 338.
90. Craig, R. G. *Restorative Dental Materials*. 10 ed. St. Luis: Mosby, 1997. 584 p.
91. Anusavice, K. J. (Ed.) *Phillips Materiais Dentários*. 10 ed. Rio de Janeiro:Guanabara Koogan, 1998. 421 p.

92. Lee, S. Y.; Lai, Y. L.; Hsu, T. Influence of polymerization conditions on monomer elution and microhardness of autopolymerized polymethyl methacrylate resin. *Eur. J. Oral Sci.* 2002, 110, 179.
93. Jagger, R. G. J. Effect of the curing cycle on some properties of a polymethyl methacrylate denture base material. *Oral Rehabil.* 1978, 5, 151.
94. Dogan, A. *et al.* The effect of preparation conditions of acrylic denture base materials on the level of residual monomer, mechanical properties and water absorption. *J. Dent.* 1995, 23, 313.
95. Donovan, T. E.; Hurst, R. G.; Campagni, W. V. Physical properties of acrylic resin polymerized by four different techniques. *J. Prosthet. Dent.* 1985, 54, 522.
96. Ogawa, T.; Tanaka, M.; Koyano, K. Effect of water temperature during polymerization on strength of autopolymerizing resin. *J. Prosthet. Dent.* 2000, 84, 222.
97. Bayraktar, G.; Duran, O.; Gunever, B. Effect of glass fibre reinforcement on residual methyl methacrylate content of denture base polymers. *J. Dent.* 2003, 31, 297.
98. Ogawa, T.; Hasegawa, A. Effect of curing environment on mechanical properties and polymerization behaviour of methyl methacrylate autopolymerizing resin. *J. Oral Rehabil.* 2005, 32, 221.
99. Fisher, A. A. Allergic sensitization of the skin and oral mucosa to acrylic resin denture materials. *J. Prosthet. Dent.* 1956, 6, 593.
100. McCabe, J. F.; Basker, R. M. Tissue sensitivity to acrylic resin: A method of measuring the residual monomer content and its clinic application. *Br. Dent. J.* 1976, 140, 347.
101. Hensten-Petersen, A.; Wictorin, L. The cytotoxic effect of denture base polymers. *Acta Odontol. Scand.* 1981, 39, 101.
102. Tsuchiya, H. *et al.* Leaching and cytotoxicity of formaldehyde and methyl methacrylate from acrylic resin denture base materials. *J. Prosthet. Dent.* 1994, 71, 618
103. Sheridan, J. P. *et al.* Cytotoxicity of denture base resins. *Int. J. Prosthodont.* 1997, 10, 73.
104. Reitz, P. V.; Sanders, J. L.; Levin, B. The curing of denture acrylic resins by microwave energy: physical properties. *Quintessence Int.* 1985, 16, 547.
105. Hayden, W. J. Flexural strength of microwave cured denture baseplates. *Gen. Dent.* 1986, 34, 367.

106. Levin, B.; Sanders, J.L.; Reitz, P.V. The use of microwave energy for processing acrylic resins. *J. Prosthet. Dent.* 1989, 61, 381.
107. Takamata, T.; Setcos, J.C. Resin denture bases: review of accuracy and methods of polymerization. *Int. J. Prosth.* 1989, 2, 555.
108. 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, 21, 641.
109. Blagojevic, V.; Murphy, V. M. Microwave polymerization of denture base materials. *J. Oral Rehabil.* 1999, 26, 804.
112. Dionisio, M. S.; Moura-Ramos, J. J.; Williams, G. Dielectric relaxation in poly(n-alkylmethacrylates) and their mixtures with p-nitroaniline. *Polymer.* 1994, 35, 1705.
113. Diaz-Calleja, R.; Devine, I.; Gargallo, L.; Radic, D. Dielectric relaxation properties of poly(dimethylpheylnmethacrylates). *Polymer.* 1994, 35, 151