

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

JULIANA ROTTINI

MANUELA DE BORGES HENRIQUES

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA TÉCNICA DE PREPARO E DA FASE DE
INCLUSÃO NAS PROPRIEDADES DE UMA RESINA ACRÍLICA ATIVADA POR
MICRO-ONDAS.

PORTO ALEGRE

2011

JULIANA ROTTINI
MANUELA DE BORGES HENRIQUES

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA TÉCNICA DE PREPARO E DA FASE DE
INCLUSÃO NAS PROPRIEDADES DE UMA RESINA ACRÍLICA ATIVADA POR
MICRO-ONDAS.

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Graduação em
Odontologia da Faculdade de Odontologia
da Universidade Federal do Rio Grande do
Sul, como requisito parcial para obtenção
do título de Cirurgião-Dentista.

Orientador: Prof^a. Dr^a. Carmen Beatriz
Borges Fortes

Porto Alegre

2011

CIP- Catalogação na Publicação

Rottini, Juliana

Avaliação da influência da técnica de preparo e da fase de inclusão nas propriedades de uma resina acrílica ativada por micro-ondas / Juliana Rottini, Manuela de Borges Henriques. – 2011.

27 f.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Faculdade de Odontologia, Curso de Graduação em Odontologia, Porto Alegre, BR-RS, 2011.

Orientadora: Carmen Beatriz Borges Fortes

1. Odontologia. 2. Resinas acrílicas. 3. Micro-ondas. 4. Temperatura de transição. I. Henriques, Manuela de Borges. II. Fortes, Carmen Beatriz Borges. III. Título.

Às minhas irmãs, Nanã e Biba, por me motivarem duvidando do meu TCC em dupla. Ao super pai, pelos incansáveis fretes. À mãe, por não me deixar esquecer o TCC, perguntando sempre por ele. Ao Leo, por possibilitar que esse TCC viajasse , garantindo a praia do final de semana. À super amiga e sócia de armário/ bolsa/ afastador, Juliana, por dar ritmo a minha liberdade de criação.

Manuela.

Aos meus pais, pelo exemplo de perseverança e por me ensinarem que o estudo é a base de tudo. Ao meu irmão pelo companheirismo. Ao meu namorado, Werner, por me ajudar e me incentivar nos estudos, durante toda a faculdade. À minha super amiga, desde o início do curso e por toda a vida, Manuela, pela cumplicidade e sabedoria.

Juliana.

AGRADECIMENTO

À mestra professora Dr^a Carmen Beatriz Borges Fortes, incansável orientadora, amiga sempre presente nesse momento final, tão inicial.

À Letícia Moreira, competente, prestativa, proativa, esteve presente em todas as etapas, enriquecendo nossa pesquisa com conhecimento e com humildade.

Ao LAMAD, por ter sido a casa dessa pesquisa.

À Central Analítica do Campus do Vale, pela disponibilização dos equipamentos necessários para a execução dos ensaios.

Ao professor Roger K. Celeste, pela elaboração dos cálculos estatísticos.

Ao Werner, por seguir veterano, nos auxiliando na construção do Abstract.

À bibliotecária Ida Rossi, por nos ajudar na formatação desse trabalho.

“Sei que nada sei.”

Sócrates

RESUMO

ROTTINI, Juliana; HENRIQUES, Manuela de Borges. **Avaliação da influência da técnica de preparo e da fase de inclusão nas propriedades de uma resina acrílica ativada por micro-ondas.** 2011. 27f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

A resina acrílica ativada por micro-ondas é empregada para a confecção de base de prótese total, dispositivo intra-oclusal, aparelho ortodôntico, entre outros. O desempenho clínico desse material está relacionado com as suas propriedades físico-mecânicas. O objetivo desse trabalho foi avaliar a influência da técnica de preparo e da fase de inclusão da resina acrílica ativada por micro-ondas nas seguintes propriedades: temperatura de transição vítrea (Tg), micro dureza Knoop (MK), massa específica (ME), grau de inchamento (GI) e resistência ao impacto Izod (RI). A amostra foi constituída por quatro grupos com 10 corpos de prova (cp) cada um. O material utilizado foi a resina acrílica incolor da marca Onda Ceryl ®. O grupo G1 foi constituído pelos cp preparados pela técnica e pela fase de inclusão (fibrilar) recomendadas pelo fabricante; o G2, pelos cp preparados pela técnica do fabricante, mas incluídos em fase de massa; o G3, pelos cp preparados pela técnica de saturação pó/líquido e inclusão na fase fibrilar e o G4 que teve os cp preparados pela técnica de saturação e incluídos na fase de massa. Todos os cp foram polimerizados num forno de micro-ondas, com 1000 Watts de potência, em um ciclo com 10% da potência durante 20 minutos e 40% da potência por mais cinco minutos. Os valores obtidos nos ensaios foram analisados pelo teste de ANOVA, sendo complementado pelo teste de Kruskal-Wallis para RI, ME e GI e pelo teste de Bonferroni para MK e Tg, com nível de significância de 5%. Os resultados mostraram que, para todas as propriedades analisadas, houve diferença estatística significativa para a variável técnica de preparo pó/líquido da resina acrílica, sendo a técnica de saturação a que apresentou os melhores resultados. A partir desses resultados pode-se concluir que a técnica de preparo saturação pó/líquido da resina acrílica pode ser recomendada e que a fase de inclusão tanto pode ser a fibrilar, quanto a de massa.

Palavras-chave: Odontologia. Resina acrílica. Micro-ondas. Temperatura de transição vítrea.

ABSTRACT

ROTTINI, Juliana; HENRIQUES, Manuela de Borges. **Evaluation of the influence of preparation technique and the pressing stage in the properties of an acrylic resin microwave activation.** 2011. 27f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

The acrylic resin microwave activation is used for making denture base, intra-occlusal devices, braces, among others. This material clinical performance is related to its physical and mechanical properties. The aim of this study was to evaluate the technique of preparation and run-in phase 5 of the acrylic resin type on properties of glass transition temperature (Tg), Knoop micro hardness (MK), density (ME), degree of swelling (GI), Izod impact strength (RI). The sample consisted of four groups of 10 specimens (cp) each. The material used was colorless acrylic resin Cryl Wave ®brand. The G1 group was formed by cp prepared by technique and pressing stage as recommended by the manufacturer (fibrillar phase). In G2 specimens were prepared by the manufacturer's technique, but pressed during mass phase. The G3 technical preparation of acrylic resin consisted of saturation of the powder / liquid and inclusion and pressing at the fibrillar phase and G4 in which specimens were prepared by the technique of saturation and was included in the mass phase. All specimens were polymerized in a power microwave oven with 1000 watts, a cycle of 10% power for 20 minutes and 40% power for another five minutes. The values obtained was analyzed by ANOVA with a significance level of 5%, and is complemented by the Kruskal-Wallis test for RI, ME, and GI and the Bonferroni test for MK and Tg. The results showed that, for all properties analyzed, statistically significant differences for the variable technique for preparing powder / liquid acrylic resin, and the saturation that showed the best results. From these results we can conclude that the saturation technique for preparing powder / liquid acrylic resin may be recommended and that the run-in phase can be much like that of the fibrillar mass.

Keywords: Dentistry. Acrylic resin. Microwave. Glass temperature.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 OBJETIVO	12
3 MATERIAIS E MÉTODOS	13
3.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS	13
3.2 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	14
3.3 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA MICRO DUREZA KNOOP (KHN).....	15
3.4 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA (Tg).....	16
3.5 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO IMPACTO IZOD.....	16
3.6 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA.....	17
3.7 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DO GRAU DE INCHAMENTO.....	18
4 RESULTADOS	20
4.1 MICRO DUREZA KNOOP.....	20
4.2 TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA.....	21
4.3 RESISTÊNCIA AO IMPACTO IZOD.....	21
4.4 MASSA ESPECÍFICA.....	22
4.5 GRAU DE INCHAMENTO.....	22
5 DISCUSSÃO	24
6 CONCLUSÃO	27
REFERÊNCIAS	28

INTRODUÇÃO

As resinas acrílicas (polimetacrilato de metila) são materiais largamente utilizados na odontologia. O polimetacrilato de metila é o material mais utilizado para a confecção de base de prótese total¹⁻². Essa classe de materiais deve apresentar estabilidade de dimensão e de cor, ausência de sabor e de cheiro, e isenção de toxicidade e de irritabilidade aos tecidos, pois são utilizadas na cavidade oral, sofrendo todas as variações que esse ambiente proporciona. Esse material deve ainda possibilitar polimento e acabamento, sem que esse processo altere suas propriedades físico-mecânicas e sua estética³.

Comercialmente, as resinas acrílicas são apresentadas na forma de pó – composto por polimetacrilato de metila (PMMA) e por peróxido de benzoila, iniciador da polimerização – e de líquido, cujo componente principal é o metacrilato de metila (MMA). A mistura do pó com o líquido forma uma massa, que, após a reação de polimerização, se transforma na resina sólida. Essa reação de polimerização é do tipo poliadição (adição de molécula a molécula), sem a formação de subprodutos³. O resultado dessa reação é chamado de polímero (do grego, significa muitas partes), macromolécula com características específicas de tamanho, de estrutura química e de interações intra e intermoleculares. O polímero formado não é homogêneo, isto é, tem estrutura amorfa constituída por cadeias moleculares de vários tamanhos, caracterizando polimolecularidade, ou seja, sem uniformidade molecular⁴.

A maior parte das resinas acrílicas são homopolímeros, ou seja, polímero constituído por um único tipo de monômero. As resinas acrílicas têm sua reação de polimerização desencadeada por um agente ativador, o qual fornece energia química, térmica ou de micro-ondas para um agente iniciador. O agente iniciador absorve esta energia e forma radicais livres que funcionam como centro ativo que promove a união das moléculas de monômero formando uma reação em cadeia onde há o crescimento molecular até que, pela adição de um agente de terminação, esse processo é interrompido³⁻⁵.

Conforme o agente de ativação, as resinas acrílicas são classificadas pela “International Organization for Standardization” (ISO) 1567, em: tipo 1 (polímeros termopolimerizáveis), tipo 2 (polímeros auto polimerizáveis), tipo 3 (polímeros termoplásticos), tipo 4 (polímeros foto ativados) e tipo 5 (polímeros ativados por energia de micro-ondas)⁴. A polimerização por energia de micro-ondas foi primeiramente relatada por Nishii, em 1968⁷, e representa um método alternativo de polimerização. Essa técnica é mais

rápida e limpa, apresentando propriedades físico-mecânicas semelhantes às da técnica de polimerização por imersão em água aquecida (tipo 1). Ainda tem como vantagem uma precisão de ajuste, o que resulta em uma melhor adaptação da base da prótese⁸⁻⁹.

Nas resinas acrílicas do tipo 5, a polimerização por energia de micro-ondas (ondas eletromagnéticas, não ionizantes) é iniciada quando as moléculas de MMA (metacrilato de metila) – que são polares – orientam-se sob a ação do campo elétrico gerado pelas micro-ondas, entrando em ressonância e vibrando na mesma frequência desse campo. Essa é a forma pela qual a energia eletromagnética gera calor, o que se chama de condução iônica. Assim, o material se aquece em função das inúmeras colisões intermoleculares que ocorrem nesse processo e, conforme esse calor é gerado propaga-se, promovendo a decomposição do peróxido de benzoila em radicais livres e/ou a quebra das duplas ligações entre os átomos de carbono da molécula de metacrilato de metila. Através desses radicais livres e/ou das moléculas ativadas, essas unem-se, estabelecendo entre si ligações covalentes. Isso caracteriza a reação de polimerização que leva à formação de um polímero com elevado peso molecular. A maior vantagem da ativação por micro-ondas é a diminuição do tempo de polimerização¹.

O comportamento das resinas acrílicas pode ser avaliado por meio de várias propriedades, tais como: resistência ao impacto, temperatura de transição vítrea, micro dureza, massa específica e grau de inchamento. A resistência ao impacto é determinada pela carga máxima de impacto imposta a um material e capaz de fraturá-lo⁶. A temperatura de transição vítrea (Tg) caracteriza-se pela variação da capacidade calorífica do material e prevê o comportamento do material frente a uma determinada temperatura¹⁰. A dureza relativa de um determinado material é baseada na sua capacidade de resistir ao arranhamento ou risco e presume o desgaste do material. Os ensaios mais utilizados para determinar a dureza dos materiais odontológicos são Knoop e Vickers. A massa específica é a razão entre a massa do material e seu volume, mostrando a densidade do material. O grau de inchamento, por sua vez, mostra a capacidade de que um material tem para absorver um líquido.

A técnica de preparo e a fase de inclusão da resina acrílica são fatores que podem interferir nas propriedades do material. Assim, o objetivo desse trabalho foi avaliar a influência da técnica de preparo e da fase de inclusão no polímero formado por uma resina acrílica ativada por micro-ondas.

2 OBJETIVO

O objetivo desse estudo foi avaliar a influência da técnica de preparo e da fase de inclusão nas seguintes propriedades:

- resistência ao impacto Izod;
- temperatura de transição vítrea;
- micro dureza Knoop;
- massa específica;
- grau de inchamento

de uma resina acrílica ativada por micro-ondas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Esse foi um estudo experimental, laboratorial, *in vitro*. realizado no Laboratório de Materiais Dentários (LAMAD), da Faculdade de Odontologia e na Central Analítica do Campus do Vale, ambos da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, em Porto Alegre/RS.

3.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

Os materiais utilizados para confecção dos corpos de prova (cp) foram: resina acrílica incolor da marca Onda – Cryl, da Artigos Odontológicos Clássico LTDA, São Paulo/SP.

- Gesso odontológico tipo II, da marca comercial Darlo Monteiro, fabricado em Cachoeirinha/RS.

- Lixas d'água granulação 600 e 1200, da marca 3M do Brasil, Sumaré/SP.

- Lixadeira Politriz Motorizada, fabricante Arotec, modelo: Aropol 2V.

- Fresas TDV LTDA.

- Micro motor e peça reta Kavo.

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

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

- Muflas de fibrocerâmica da marca comercial Artigos Odontológicos Clássico LTDA, São Paulo/SP. A mufla é um artefato odontológico utilizado para inclusão de resina acrílica e sua posterior polimerização.

- Forno de microondas da marca LG Eletronics da Amazônia LTDA, modelo MB - 315 ML *intello wave*, com as seguintes especificações: tensão nominal de 120 V/60 Hz, potência de saída de 1000 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.

- Calorímetro DSC-4 (Perking Elmer, Beaconsfield, England).

- Microdurômetro modelo HMV-2 da marca Shimadzu.

- Balança de Precisão SF-400 da marca Brum Balanças, com resolução de 10^{-2} g.

- Prensa manual da marca Prensa Forte.

- Balança analítica de precisão SAE 2000, Bosh, Germany, com resolução de 10^{-4} g.

- Proveta graduada de 10ml.

- Conta gotas graduado

3.2 CONFECÇÕES DOS CORPOS DE PROVA

A confecção dos corpos de prova (cp) foi feita a partir de matrizes retangulares de aço inoxidável, de dimensões 64mmx10mmx3mm. Essas matrizes de aço foram reproduzidas em silicona de adição Adsil®. As matrizes em silicone foram incluídas, com gesso tipo II (comum), na base da mufla, previamente isolada com vaselina sólida. Após a cristalização do gesso (± 15 minutos), as matrizes de silicone foram preenchidas com as matrizes metálicas. O gesso foi isolado com vaselina. A contra-mufla foi adaptada na mufla. O conjunto mufla e contra-mufla foi colocado no vibrador e o gesso comum foi vertido até preencher toda a contra-mufla.

Após o período de cristalização do gesso (± 1 hora), a mufla foi aberta e as matrizes metálicas, removidas, ficando a impressão no silicone. A técnica de preparo e a fase de inclusão da resina acrílica foram realizadas respeitando a divisão dos quatro grupos experimentais. Cada grupo foi constituído por 10 corpos de prova (cp). O ensaio de resistência ao impacto Izod foi realizado de acordo com a especificação da ASTM D256-*American Society Test Methods – Izod Impact*¹¹, que exige 10 cp para cada grupo. Após esse ensaio de resistência ao impacto Izod, que faz a fratura do cp em duas metades, uma das metades foi para o ensaio de massa específica e grau de inchamento; a outra, para a determinação da micro dureza Knoop e da temperatura de transição vítrea (Tg).

O grupo G1 foi constituído pela resina acrílica dosada na proporção pó/líquido indicada pelo fabricante e incluída na fase fibrilar. O grupo G2 foi constituído pela resina acrílica dosada na proporção indicada pelo fabricante e incluída na fase de massa. A orientação do fabricante para a proporção pó/líquido é de 3:1, sendo essas medidas feitas em volume (mL) com um copo dosador fornecido junto com a resina. O grupo G3 foi constituído pela resina acrílica dosada pela técnica de saturação pó/líquido e incluída na fase fibrilar. O grupo G4 foi igual ao anterior, exceto que a inclusão foi na fase de massa. A técnica de saturação consistiu em colocar no pote de resina a medida de pó indicada e gotejar o líquido, mantendo suave vibração do recipiente, até que o pó ficasse umedecido, sem que houvesse líquido sobrenadante.

A prensagem da resina acrílica foi feita na prensa (Prensa Forte) com uma carga de aproximadamente 1000 kg. Após 30 minutos da prensagem, a mufla foi colocada no forno de micro ondas para promover a polimerização do material. O ciclo de polimerização utilizado foi de 20 minutos com 10% da potência (100 Watts) e 5 minutos com 40% da potência (400 Watts). Após o resfriamento da mufla (± 4 horas), realizou-se a remoção dos corpos de prova.

Cada cp recebeu acabamento com fresa para remoção de rebarbas. A seguir, com as lixas d'água de granulação 600 e 1200, respectivamente, foi feito o alisamento de cada cp. Esse procedimento foi padronizado para um tempo de 60s para cada lixa. A fim de conferir brilho e melhorar a lisura da superfície do material, os cp foram submetidos ao polimento mecânico. Para tal foi usada a Politriz Bueller com 150.000 rpm. A primeira etapa do polimento foi realizada com a pasta de pedra pomes e a escova de cerdas pretas durante três minutos. Logo após, foi utilizada a pasta de branco de espanha com a escova de cerdas brancas também durante três minutos.

Cada cp foi identificado com um número e colocado dentro de um envelope com o nome do grupo ao qual pertencia. A seguir, os envelopes, foram entregues ao orientador, que fez uma nova identificação dos cp e dos envelopes para que, no momento do ensaio, os pesquisadores não soubessem a que grupo cada cp pertencia. Os critérios de exclusão dos cp foram bolhas ou falhas na sua superfície.

Por fim, os cp foram submetidos aos seguintes ensaios: resistência ao impacto Izod, temperatura de transição vítrea, massa específica, grau de inchamento e micro dureza Knoop. Os valores obtidos nesses ensaios foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) paramétrica- para aqueles com distribuição normal- e ao teste não paramétrico de Kuskal-Wallis, para os que não tiveram distribuição normal, todos com nível de significância de 5%.

3.3 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA MICRODUREZA KNOOP

As medidas de micro dureza foram verificadas com o auxílio do Microdurômetro modelo HMV-2 da marca Shimadzu. Foram realizadas cinco medidas, em região determinada aleatoriamente, na superfície de cada cp. A média desses valores foi o valor atribuído a micro dureza do material. A medida da micro dureza foi feita com um penetrador de diamante de formato piramidal aplicado com uma carga de 25g por 10s. A penetração deixada na superfície do material tem formato losangular e a medida de sua diagonal maior foi utilizada para calcular a micro dureza Knoop. A diagonal maior foi medida em μm , conforme escala na objetiva do microscópio. O cálculo da microdureza Knoop foi realizado de acordo com a equação abaixo:

$$\text{KHN} = [(14228 c) / (d^2)], \text{ na qual:}$$

14228 é o valor de uma constante

c é a carga aplicada em gramas

d é a diagonal maior deixada pela penetração em μm

3.4 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA (Tg)

A Tg determina o comportamento de um material amorfo quando submetido a uma dada temperatura. O aquecimento de um material amorfo acima da Tg permite a mobilidade dos segmentos das cadeias poliméricas que o compõem, passando do estado vítreo para o elástico (borrachoso), sem ocorrer mudança na sua estrutura. Abaixo dessa temperatura (Tg), o material é duro, rígido e quebradiço. Para determinar a temperatura em que ocorre essa mudança de comportamento, foi utilizado o calorímetro DSC-4 (Perkin Elmer, Beaconsfield, England) que avaliou, em °C, a Tg por meio do método termo analítico denominado Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). O DSC é um método 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 à uma taxa constante. Para realizar essa análise, 10 mg de resina acrílica foram retiradas dos cp, sendo incluídas em cápsulas de alumínio e submetidos a uma variação de temperatura de 50°C à 190°C, com uma taxa de aquecimento de 10°C por minuto. A Tg foi estabelecida no segundo ciclo de aquecimento.

3.5 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO IMPACTO IZOD

O ensaio foi realizado no equipamento EMIC, modelo AIC-1, no qual um pêndulo de massa estabelecida é deixado cair de uma altura determinada até seu ponto mais baixo de balanço. O cp encontra-se fixado verticalmente em relação à base do equipamento nesse ponto, quando é golpeado pelo pêndulo no momento que esse é solto. Quando acontece o golpe, é desprendida uma energia - energia de impacto, a qual não corresponde à energia absorvida pelo cp durante o choque, pois deve-se desprezar a resistência do ar que se opõe a força gravitacional durante o movimento. Então, para obter o valor da energia absorvida efetivamente pelo cp, o martelo é liberado com o ponteiro de arrastro na posição inicial normal, sem o cp fixado no aparelho. A energia produzida em joules é anotada. Sem retornar o ponteiro, o pêndulo é liberado novamente e assim por diante, até não haver mais acréscimo de posição, sendo estabelecida a leitura final. Esse ensaio foi realizado de acordo com as especificações da ASTM D256- *American Society Test Methods* – Izod Impact modificada¹¹, porque não foi feito entalhe no cp.

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

$$\beta_{\text{máx}} = \arccos \{ [1 - (hm / L)] [1 - (Ea / Em)] \} \text{ em que:}$$

$h_m = 0,610$ 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, foi calculado de acordo com a equação abaixo:

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

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

E_s = energia que determina a quebra do corpo de prova

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

Para o cálculo da correção total de energia (E_t - energia referente às perdas), utilizou-se a equação abaixo:

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

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

$I_s = [(E_s - E_t) / t]$ em que:

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

3.6 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA (μ)

A massa específica é determinada pelo volume deslocado de um líquido quando um material é imerso em um líquido não solvente. Para isso, foi utilizada uma balança analítica de precisão SAE 2000, Bosh, Germany, com resolução de 10^{-4} g.

A massa específica (ρ do corpo de prova) foi estabelecida por imersão do corpo de prova em um não solvente (acetato de *n*-butila), de acordo com a ASTM 792-91¹².

Inicialmente foi determinada a massa específica do não solvente (ρ líquido) com a equação:

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

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

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

A = massa do padrão suspenso no ar

B = massa do padrão imerso no líquido

m_{10} = massa do volume de 10,00 mL de água destilada a 23°C

A seguir, foi determinado o volume de líquido deslocado pelo cp com a equação:

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

m_s = massa do cp suspenso no ar

m_i = massa do cp imerso no líquido

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

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

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

Com o valor calculado acima, pode-se determinar a massa específica do corpo de prova ($\rho_{\text{corpo de prova}}$) com a equação:

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

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

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

m_s = massa do corpo de prova suspenso no ar

m_r = massa do recipiente perfurado o qual é utilizado para colocar o corpo de prova

3.7 ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DO GRAU DE INCHAMENTO

Primeiramente, foi determinada a massa seca inicial de cada cp na balança analítica de precisão SAE 2000, Bosh, Germany, com resolução de 10^{-4} g.

A seguir, os cp foram colocados em um recipiente de vidro contendo 10 mL de água deionizada e armazenados em uma estufa à 37°C por 7 dias. Após esse tempo, foram removidos, secos com papel toalha e colocados na balança para determinar a massa inchada. Depois disso, foram mantidos numa estufa à 37°C até que atingissem estabilidade de massa (massa seca final). O grau de inchamento foi calculado pelo inverso da fração volumétrica do polímero inchado.

A fração solúvel do polímero contida em cada cp (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)

A fração volumétrica do polímero, inchada em cada cp, foi calculada pela equação:

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

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)

Grau de inchamento = $1/ \Phi$

4 RESULTADOS

Os grupos avaliados foram: G1 com a técnica de preparo conforme orientação do fabricante (pó/líquido 3:1) e inclusão na fase fibrilar; G2 na técnica de preparo conforme orientação do fabricante e inclusão na fase de massa; G3 e G4 na técnica de preparo da saturação pó/líquido, sendo G3 incluído na fase fibrilar e G4, na fase de massa.

Os resultados de todos os ensaios foram submetidos ao teste de análise de variância (ANOVA). Como os resultados dos ensaios de micro dureza Knoop e de temperatura de transição vítrea tiveram uma distribuição normal, foram posteriormente analisados pelo teste de Bonferroni com nível de significância de 5%. Os resultados dos ensaios de massa específica, grau de inchamento e resistência ao impacto Izod não tiveram uma distribuição normal e, por isso, foram submetidos ao teste não paramétrico Kruskal-Wallis com nível de significância de 5% .

As tabelas mostradas a seguir foram identificadas com G para grupos, n para número de cp, MD para média, DP para desvio padrão e p para p-valor.

4.1 MICRODUREZA KNOOP (KHN)

A tabela 1 mostra os valores de KHN obtidos nos grupos avaliados.

Tabela 1 - Valores de microdureza Knoop para os grupos

G	n	MD*	DP	p ≤
G1	10	18,248 a	0,946	
G2	10	17,81 a	0,833	
G3	10	19,536 b	0,796	
G4	10	19,258 b	1,159	
Total	40	18,713	1,156	0,0005

*Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si ($p \leq 0,05$)

Analisando a tabela 1, verifica-se que não houve diferença estatística significativa nos valores de KHN entre G1 e G2, bem como entre G3 e G4. Considerando a análise realizada entre G1 e G3, G1 e G4, G2 e G3, G2 e G4, houve diferença estatística significativa, sendo que a micro dureza Knoop foi maior em G3 e G4.

4.2 TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA (T_g)

A tabela abaixo mostra o valor da T_g de cada um dos quatro grupos.

Tabela 2 - Valores de temperatura de transição vítrea para os grupos

G	n	MD T_g (°C)*	DP	p ≤
G1	10	101,222 a	1,223	
G2	10	101,131 a	0,994	
G3	10	102,253 b	0,735	
G4	10	102,368 b	0,926	
Total	40	101,743	1,108	0,0093

*Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si (p ≤ 0,05)

A análise dos resultados da T_g mostra que não houve diferença estatística significativa entre G1 e G2, assim como entre G3 e G4. Porém, analisando as combinações- G1 e G3, G1 e G4, G2 e G3, G2 e G4- observa-se que houve diferença estatística significativa, sendo que a T_g foi maior em G3 e G4.

4.3 RESISTÊNCIA AO IMPACTO IZOD

A tabela 3 mostra os valores de resistência ao impacto obtidos nos grupos.

Tabela 3 – Valores de resistência ao impacto para os grupos

G	n	MD RI (J/m)*	DP	p ≤
G1	10	93,599 a	9,741	
G2	10	94,92 a	12,221	
G3	10	106,8 b	6,129	
G4	10	107,007 b	6,619	
Total	40	100,581	10,787	0,0028

*Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si (p ≤ 0,05)

Os resultados da análise estatística mostraram que- entre os grupos G1 e G2, G3 e G4- não houve diferença estatística significativa, mas os grupos G3 e G4, quando comparados ao G1 e G2, apresentaram diferença estatística significativa, sendo que a resistência ao impacto Izod foi maior em G3 e G4.

4.4 MASSA ESPECÍFICA (μ)

A tabela 4 mostra os valores da massa específica de cada grupo.

Tabela 4 – Valores de massa específica para os grupos

G	n	MD μ (g/cm³)*	DP	p\leq
G1	10	1,179 a	0,0	
G2	10	1,179 a	0,0	
G3	10	1,190 b	0,001	
G4	10	1,187 b	0,003	
Total	40	1,184	0,005	0,001

*Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si ($p \leq 0,05$)

Os resultados obtidos nesse ensaio mostram que não houve diferença estatística significativa na massa específica entre os grupos G1 e G2, bem como entre G3 e G4, porém os grupos G3 e G4, quando comparados ao G1 e G2, apresentaram diferença estatística significativa, sendo que a massa específica foi maior em G3 e G4.

4.5 GRAU DE INCHAMENTO

A tabela 5 mostra os valores de grau de inchamento dos grupos.

Tabela 5 – Valores de grau de inchamento para os grupos

G	n	MD GI *	DP	p\leq
G1	10	1,032a	0,0018	
G2	10	1,033a	0,0019	
G3	10	1,011b	0,0004	
G4	10	1,011b	0,0006	
Total	40	1,022	0,0109	0,001

*Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si ($p \leq 0,05$)

Os resultados obtidos demonstram que não houve diferença estatística significativa no grau de inchamento entre os grupos G1 e G2, bem como entre G3 e G4, porém os grupos G3

e G4, quando comparados ao G1 e G2, apresentaram diferença estatística significativa, sendo que o grau de inchamento foi menor em G3 e G4.

5 DISCUSSÃO

Algumas considerações sobre o polímero de metacrilato de metila (PMMA) devem ser feitas, pois a discussão dos resultados encontrados nesse trabalho tem como base as características desse polímero.

O PMMA é um polímero termoplástico, de estrutura amorfa, que se polimeriza por adição. Esse polímero é constituído por cadeias poliméricas de comprimentos diferentes, com uma grande variação na massa molecular. O arranjo dessas cadeias não é uniforme, resultando em uma estrutura desordenada com grande energia interna. Uma das características mais importantes desse polímero é que as ligações intra-moleculares são ligações fortes (ligações covalentes), porém as ligações inter moleculares (entre as cadeias poliméricas) são ligações fracas (van der Waals), as quais podem ser facilmente rompidas com a entrada de energia no polímero. Assim, quando esse material é aquecido, as ligações de van der Waals são quebradas, permitindo que haja uma maior movimentação das cadeias poliméricas umas em relação às outras¹³.

A mobilidade dessas cadeias pode ser verificada por meio da temperatura de transição vítrea (T_g), que avalia o comportamento de um material em uma determinada temperatura. A T_g tem influência em muitas propriedades mecânicas e químicas do material. Alguns fatores, tais como, a massa molar (tamanho das cadeias poliméricas) e o volume livre (espaço não ocupado pelas cadeias moleculares) afetam a temperatura de transição vítrea. Cadeias menores apresentam maior mobilidade em comparação a cadeias maiores e, quanto maior o volume livre presente em um polímero, menor será a temperatura de transição vítrea, uma vez que maior será a facilidade das cadeias se deslocarem umas em relação às outras. Outro fator que afeta a T_g é o tipo de força de atração entre as cadeias poliméricas, visto que, as transições que ocorrem durante a temperatura de transição vítrea são resultado da habilidade das cadeias de se deslocarem com a quantidade de energia fornecida nessa faixa de temperatura. Assim, quanto maior a energia das ligações entre cadeias, maior será a quantidade de energia necessária para permitir que as cadeias se tornem livres para efetuar as transições. Dessa forma, polímeros que apresentam ligações mais fortes entre cadeias possuem temperaturas de transição vítrea maiores¹³.

A mobilidade intrínseca das cadeias poliméricas está relacionada com a sua arquitetura química. Esse fator contribui para o comportamento dessas cadeias frente à introdução de energia e às correspondentes transições. Grupos químicos inseridos nas cadeias poliméricas principais, cujas ligações com o resto da cadeia ocorrem através de ligações mais

fracas, facilitam movimentos de rotação, determinando temperaturas de transição vítrea menores. Quanto menor a energia necessária para a rotação de ligações, maior a facilidade de as cadeias se desentrelaçarem e se moverem umas em relação às outras¹³.

Essas colocações foram necessárias para o entendimento dos resultados desse trabalho, pois todos os valores obtidos, nas propriedades analisadas, estão de acordo com o referencial teórico que foi descrito para o polímero de PMMA.

Os grupos em que os cp foram preparados pela técnica de saturação pó/líquido (G3 e G4), independente da fase de inclusão (fibrilar ou massa), apresentaram as melhores propriedades. Acredita-se que a técnica de saturação levou à formação de um polímero com um maior número de cadeias poliméricas e/ou de cadeias com massa molecular maior. Além disso, pode-se inferir que a quantidade de monômero livre também foi menor nessa técnica, quando comparada à do fabricante (proporcionamento pó/líquido utilizando o copo dosador que acompanha o produto). Essa premissa está baseada no que foi observado durante a realização da técnica de saturação pó/líquido, na qual houve uma redução na quantidade de líquido (em torno de $\pm 10\%$) adicionado ao pó, quando comparada à técnica recomendada pelo fabricante. O copo dosador não tem uma padronização volumétrica adequada e, por meio de um estudo piloto, constatou-se que é muito difícil reproduzir a quantidade em massa do pó e do líquido determinadas nesse copo. A medida da variabilidade da massa obtida com o copo- tanto para o pó, quanto para o líquido- foi de $\pm 10\%$. Essa variação de massa determina uma mistura pó/líquido muito seca ou muito fluida, ou seja, pouco ou muito líquido para a mesma quantidade de pó. Cabe salientar que na técnica de saturação também houve variação na massa do líquido, mas essa foi inferior à 2% da massa inicial. O gotejamento do líquido em cima do pó, com conta-gotas graduado, permite o acompanhamento visual do molhamento que ocorre na mistura pó/líquido, sendo muito fácil controlar esta etapa do preparo da resina acrílica. Além disso, o uso de medidor padronizado garante melhor precisão nas aferições realizadas, pois sabe-se que cada mL corresponde à 30 gotas.

Os resultados obtidos nas propriedades analisadas permitem inferir que o polímero formado na técnica usada nos grupos G3 e G4 apresentou as seguintes características: cadeias poliméricas com massas moleculares e/ou tamanho de cadeias maiores; volume livre entre as cadeias e/ou segmentos menor; redução de monômero residual.

6 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos nesse trabalho, é possível concluir que a fase de inclusão da resina acrílica (fibrilar ou massa) não interferiu nas seguintes propriedades: micro dureza Knoop, temperatura de transição vítrea, resistência ao impacto Izod, massa específica e grau de inchamento. Por outro lado, a técnica de preparo da resina acrílica influenciou as propriedades de micro dureza Knoop, de temperatura de transição vítrea, de resistência ao impacto Izod, de massa específica e de grau de inchamento, sendo que a técnica de saturação pó/líquido mostrou os melhores resultados. Portanto, pode-se recomendar a técnica de saturação pó/líquido e a fase de inclusão tanto pode ser a fibrilar, quanto de massa.

REFERÊNCIAS

- 1 Azzarri M. Effect of the curing conditions on the properties of an acrylic denture base resin microwave-polymerised. *J Dent.* 2003 Sep;31(7):463-8.
- 2 Barbosa DB, Souza RF de, Pero AC, et al. Flexural strength of acrylic resins polymerized by different cycles. *J Appl Oral Sci.* 2007 Oct; 15 (5):424-8.
- 3 Fortes CBB. Caracterização e propriedades das resinas acrílicas de uso odontológico - um enfoque voltado para a biossegurança [tese]. Porto Alegre (RS): Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Faculdade de Odontologia; 2007.
- 4 International Standartization for Organization, 1567, Dentistry – Denture base polymers. (1999).
- 5 Mano EB, Mendes LC. Introdução a polímeros. 2ed. São Paulo: Edgar Blücher; 1999.
- 6 Padilha DMP; Souza MAL. Estudo dentário e edentulismo observados em dois grupos de idosos no Brasil e na Inglaterra. *Rev Odonto Cienc;* 1997; 12-67.
- 7 Nishii M. Curing of denture base resins with microwave irradiation: with particular reference to heat-curingresins. *J Osaka Dent Univ* 1968; 2:23- 40.
- 8 Barbosa CMR, Cury AAD, Garcia RR. Evaluation of porosity in microwave- processed acrylicre sinusing a photographic method. *J Prosthet Dent.* 2009 Jun; 87 (6): 613-9.
- 9 Yannikakis S, Zissis A, Polyzois G, et al. The use of microwave energy in dental prosthesis. *J Prosthet Dent.* 2002; 613-9.
- 10 Machado CV. Grau de conversão, temperatura de transição vítrea, micro dureza e resistência ao impacto de uma resina acrílica quimicamente ativada submetida a diferentes condições de polimerização [dissertação] Porto Alegre (RS): Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Faculdade de Odontologia; 2005.
- 11 American Society for Testing and Materials, *ASTM.* D 256 – Izod Impact. (1998).
- 12 American Society for Testing and Materials, *ASTM.* 792 – Density. (1998).
- 13 Canevarolo SV. Ciência dos polímeros. 3ed. São Paulo/SP: Artliber; 2006.
- 14 Blagojevic V, Murphy VM. Microwave polymerization of denture base materials. A comparative study. *J Oral Rehabil.*1999; 26: 804–8.
- 15 Breyer CF. Influência do ciclo de polimerização no grau de conversão de uma resina acrílica tipo 5 para base de prótese [graduação]. Porto Alegre, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Faculdade de Odontologia; 2010.