

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CAROLINA FALCÃO BREYER

INFLUÊNCIA DO CICLO DE POLIMERIZAÇÃO NO GRAU DE CONVERSÃO DE  
UMA RESINA ACRÍLICA TIPO 5 PARA BASE DE PRÓTESE

PORTO ALEGRE  
2010

CAROLINA FALCÃO BREYER

INFLUÊNCIA DO CICLO DE POLIMERIZAÇÃO NO GRAU DE CONVERSÃO DE  
UMA RESINA ACRÍLICA TIPO 5 PARA BASE DE PRÓTESE

Pesquisa apresentada como Trabalho de Conclusão do Curso de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito final para obtenção do Grau de Cirurgião-Dentista.

Orientadora: Profa. Dra. Carmen Beatriz  
Borges Fortes

Porto Alegre  
2010

## **AGRADECIMENTOS**

À Universidade Federal do Rio Grande do Sul pela oportunidade de realizar a minha formação acadêmica.

À Pró-Reitoria de Pesquisa, pela bolsa de pesquisa BIC.

Ao Prof. Dr. Cesar Liberato Petzhold, do Laboratório de Síntese de Polímeros, do Instituto de Química da UFRGS, que possibilitou a realização do ensaio de temperatura de transição vítrea e massa específica.

À Profa. Dra. Naira Maria Balzaretto, do Laboratório de Altas Pressões, do Instituto de Física da UFRGS, que realizou os ensaios de grau de conversão.

À equipe do LAMAD representado pela Profa. Dra. Susana Maria Werner Samuel e o Prof. Dr. Fabricio Mezzomo Collares.

Agradecimento especial ao doutorando Vicente Castelo Branco Leitune que realizou o ensaio de resistência à flexão e a técnica Letícia Moreira pelo apoio durante a realização desta pesquisa.

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

À Profa. Dra. Carmen Beatriz Borges Fortes, agradeço imensamente pela orientação competente e segura, pela dedicação durante o desenvolvimento deste trabalho e por todo o esforço para a viabilização dos ensaios que foram propostos. Obrigada por todos os ensinamentos, pela convivência e por me ensinar nas pequenas atitudes gestos grandiosos de carinho e companheirismo.

Aos meus pais, Paulo e Miriam, que sempre me proporcionaram todas as condições para que eu pudesse chegar até aqui. Deram-me muito mais do que incentivo e amor, deram-me exemplo de perseverança, determinação, dignidade e humildade, estando sempre presentes durante os momentos mais decisivos da minha vida. Assim, agradeço por terem confiado e acreditado em mim.

Aos meus irmãos, Rafael e Fábio, pelo amor, apoio e compreensão que me ajudaram nesta caminhada para chegar até aqui.

Aos meus familiares pelo amor, apoio, incentivo e presença amiga durante a minha formação.

Ao amigo Fosca pelas dicas para a formatação deste trabalho e pela amizade mesmo quando estamos distantes por longos períodos.

Aos colegas e amigos Marcão e Carol Schmidt pelo companheirismo nestes cinco anos. Obrigada pelos momentos ímpares, nunca os esquecerei.

Aos amigos Beto, Claudinha, Karina e Nessa, por compreenderem minha ausência, e, principalmente, pela amizade, união e ajuda incondicional em todos os momentos. Nossa amizade é eterna, pois não saberia viver sem vocês junto comigo.

Às amigas Creu, Caro, Thais, Rita, Mari, Mônica e Monique por sempre se fazerem presentes de alguma maneira. Vocês fazem toda a diferença na minha vida desde o dia em que entraram nela. Adoro-as.

Ao pesquisador Ulisses Salomão pelo seu empenho em divulgar o saber, gentilmente disponibilizando sua tese por e-mail e mesmo sem me conhecer colocando-se a disposição para qualquer esclarecimento. Agradeço pelo gesto, pois atitudes assim é que fazem uma pesquisa cumprir o seu principal objetivo: transmitir conhecimento.

E, finalmente, a todos aqueles que contribuíram, direta ou indiretamente, para a conclusão de minha graduação.

Meus sinceros agradecimentos.

## RESUMO

O grau de conversão é um parâmetro importante quando se avaliam as propriedades das resinas acrílicas. O objetivo deste estudo foi avaliar a influência do ciclo de polimerização no grau de conversão de uma resina acrílica tipo 5 usada para a confecção de base de prótese e a sua relação com as propriedades deste material. Os ensaios realizados foram: Grau de Conversão (GC), Temperatura de Transição Vítreia (TG), Dureza Shore D (SD), Microdureza Knoop (MK), Sorção (SOR), Solubilidade (SOL), Massa Específica (ME) e Resistência à Flexão (RF). Para cada ensaio foram confeccionados corpos de prova com resina acrílica incolor para polimerização em micro-ondas (Onda Cryl<sup>®</sup>) de acordo com os requisitos de cada ensaio. Os ciclos realizados foram: aquele indicado pelo fabricante (G1) de 3 minutos no micro-ondas com potência de 40%, 4 minutos em repouso e mais 3 minutos na potência de 80%; e um ciclo longo (G2) de 20 minutos no micro-ondas com potência de 10% e 5 minutos na potência de 40%. A polimerização foi realizada em forno de micro-ondas com 1000 W de potência. O teste t de Student foi utilizado para análise estatística. A média, o desvio padrão e o nível de significância obtidos nos ensaios de TG, GC, SD, MK, SOR, SOL, ME e RF foram, respectivamente para o G1: 101°C±0,7 (p<0,001), 90%±0,9 (p<0,001), 82±1,0 (p<0,001), 18,9±0,2 (p<0,001), 28,7µg/mm<sup>3</sup>±0,8 (p<0,001), 1,39µg/mm<sup>3</sup>±0,01 (p<0,001), 1,1802g/cm<sup>3</sup>±0,001 (p<0,001) e 80,6MPa±10,7 (p<0,004); para o G2 foram: 104°C±0,9 (p<0,001), 94%±1,2 (p<0,001), 90±1,2 (p<0,001), 20,3±0,8 (p<0,001), 20,1µg/mm<sup>3</sup>±0,5 (p<0,001), 0,87µg/mm<sup>3</sup>±0,05 (p<0,001), 1,1901g/cm<sup>3</sup>±0,0015 (p<0,001) e 93,5MPa±15,2 (p<0,004) Estes resultados mostraram que o ciclo de polimerização influenciou no grau de polimerização e nas propriedades do material. O ciclo proposto aumentou o grau de conversão e melhorou as propriedades do material. Assim, concluiu-se que um ciclo de polimerização mais longo deve ser preconizado para este tipo e marca comercial de resina acrílica.

Palavras-Chave: Resina Acrílica/ Micro-ondas/ Grau de Conversão/ Temperatura de Transição Vítreia/ Resistência à Flexão.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>7</b>
<b>2 OBJETIVOS .....</b>	<b>11</b>
2.1 OBJETIVO GERAL .....	11
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	11
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>12</b>
3.1 <i>DOS MATERIAIS UTILIZADOS</i> .....	12
3.2 <i>DA CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA</i> .....	13
3.3 <i>DOS ENSAIOS REALIZADOS</i> .....	17
3.3.1 <i>Temperatura De Transição Vítreo (Tg)</i> .....	17
3.3.2 <i>Dureza Shore D</i> .....	18
3.3.3 <i>Microdureza Knoop</i> .....	19
3.3.4 <i>Grau de Conversão</i> .....	20
3.3.5 <i>Sorção e Solubilidade</i> .....	21
3.3.5.1 <i>Ensaio para determinação da Sorção</i> .....	21
3.3.5.2 <i>Ensaio para determinação da Solubilidade</i> .....	22
3.3.6 <i>Massa Específica</i> .....	23
3.3.7 <i>Resistência à Flexão</i> .....	24
<b>4 RESULTADOS .....</b>	<b>27</b>
4.1 <i>DA ANÁLISE ESTATÍSTICA</i> .....	27
4.2 <i>DOS RESULTADOS ENCONTRADOS</i> .....	27
<b>5 DISCUSSÃO .....</b>	<b>31</b>
<b>6 CONCLUSÃO .....</b>	<b>43</b>
<b>7 REFERÊNCIAS .....</b>	<b>44</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O Brasil, à semelhança de outros países, está envelhecendo rapidamente. Os indivíduos com mais de 60 anos compõem hoje o segmento populacional que mais cresce em termos proporcionais. A Pesquisa Nacional por Amostra de Domicílios - PNAD 2008, do IBGE (2009), revelou que cerca de 21 milhões de pessoas estão com mais de 60 anos. Assim, a população idosa em crescimento, mudou bastante o perfil etário do Brasil. A proporção de idosos, entre 1998 e 2008, aumentou de 8,8% para 11,1%. Os estados brasileiros que apresentam maior proporção de idosos são o Rio de Janeiro com 14,9% e o Rio Grande do Sul com 13,5% (IBGE, 2009). Estes dados mostram que com o aumento da longevidade da sociedade brasileira há necessidade de providências urgentes para garantir uma infra-estrutura de atendimento a esses idosos (IBGE, 2009).

Neste contexto, deve-se considerar que a maioria desses idosos foi tratada por uma odontologia cirúrgico-restauradora, isto é, voltada para procedimentos mais mutiladores e menos conservadores dos elementos dentários. Este modelo de atendimento odontológico formou uma população com reduzido número de dentes hígidos e grande número de desdentados, usuários de prótese total (DINI e CASTELHANO, 1993; FRARE *et al.*, 1997; PADILHA *et al.*, 1998; COSTA-LIMA e VERAS, 2003).

A perda de elementos dentários acarreta complicações locais e sistêmicas, gerando dificuldades para a fala, a deglutição e a mastigação. O início do processo digestivo pode ficar comprometido, tanto no aspecto enzimático quanto no mecânico, prejudicando a absorção de nutrientes, o apetite, a comunicação e a auto-estima (Caderno de atenção Básica, 2006; DINI e CASTELHANO, 1993; MADEIRA *et al.*, 1997, NOGUÉS, 1995). A habilidade de mastigar influencia diretamente a escolha do alimento a ser ingerido, e a perda de dentes, mesmo com a reposição protética, promove a redução da eficiência mastigatória, alteração do paladar e do padrão de alimentos consumidos (CAMPOS *et al.*, 2000; MARQUES, 2006). Portanto, os problemas dentários podem ser considerados fatores contribuintes primários à desnutrição do idoso (MARQUES, 2006).

A intensidade das doenças bucais, o estado de conservação dos dentes e a prevalência de edentulismo apresentam forte componente social, pois são reflexos,

principalmente, da condição de vida do idoso e do seu acesso às ações e serviços em saúde bucal (CAMPOS *et al.*, 2000; Caderno de Atenção Básica, 2006).

Na sociedade brasileira, a saúde bucal tem sido relegada ao esquecimento, quando se discutem as condições de saúde da população idosa. A perda total de dentes ainda é vista pela sociedade como algo normal e natural com o avanço da idade e não como reflexo da falta de políticas preventivas de saúde destinadas principalmente à população adulta para que mantenha seus dentes até idades mais avançadas (PUCCA JR., 2000; ROSA *et al.*, 1992).

Segundo os dados do Levantamento Epidemiológico em Saúde Bucal (SB Brasil), de 2003, observou-se que os problemas com o edentulismo iniciam na faixa etária entre os 15 e 19 anos, em que 1,88% desta população, já utiliza algum tipo de prótese dentária. Porém, a maior prevalência de edentulismo foi observada nas faixas etárias mais avançadas, entre 65 e 74 anos, em que 66,5% da população estudada revelou que faz uso de algum tipo de prótese dentária, e desta 57,9% usam prótese total superior.

Outro dado importante, que deve ser analisado, foi a porcentagem de indivíduos que necessitam de algum tipo de prótese dentária, sendo maior a necessidade de prótese total inferior (23,8%) seguida de prótese total superior (16,1%) (SB-Brasil 2003).

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, como a prótese dentária total ou parcial (COSTA-LIMA e VERAS, 2003).

Os indivíduos, que apresentam alterações da função mastigatória decorrentes da ausência dos dentes, têm buscado alternativas que lhes restituam esta função. A confecção de próteses odontológicas tem representado uma opção bem sucedida para a reabilitação oral destes pacientes (SALOMÃO, 2001). Segundo Fortes (2007), nos últimos anos, houve avanços científicos notáveis no tratamento de pacientes parcial ou totalmente edêntulos, principalmente após o desenvolvimento de novas técnicas e materiais, bem como na execução de novos procedimentos laboratoriais para a confecção destas próteses.

Historicamente, diversos materiais foram utilizados para confecção de bases para prótese total, tais como produtos a base de celulose, fenol formaldeído, resinas vinílicas e vulcanite, porém tais materiais apresentavam deficiências quanto às suas

propriedades. Atualmente, o material de primeira escolha, para a confecção da base da prótese, é a resina acrílica. Esta resina, a base de (poli)metacrilato de metila, é insolúvel na saliva ou qualquer outro fluido corpóreo e apresenta qualidade estética, baixo custo e facilidades no seu processamento, entretanto não apresenta todos os aspectos de um material ideal (VAN NOORT, 2004).

Segundo Camargo *et al.* (2005), para melhorar as propriedades das resinas acrílicas e simplificar as técnicas de processamento, novas formas de polimerização foram sendo propostas através dos anos. Assim, a energia de micro-ondas foi proposta como um método alternativo para a polimerização das resinas acrílicas. Esse método, que utiliza energia de micro-ondas, promove uma polimerização rápida, limpa e segura. Este autor descreve que as moléculas de metacrilato de metila movem-se sob a ação do campo elétrico gerado pelas altas frequências das micro-ondas, que são de 2,45 GHz, promovendo a polimerização do material. Segundo Moreira-da-Silva *et al.* (2006), estas moléculas, sob ação das micro-ondas, trocam de direção bilhões de vezes por segundo, causando colisões intermoleculares, que geram um aumento na temperatura interna do material. Esse aumento de temperatura é irradiado para a massa do material, promovendo a sua polimerização simultaneamente em todos os pontos da massa de resina.

A concentração de monômero livre é um parâmetro importante na determinação das propriedades das resinas acrílicas, visto que há uma correlação desta com a dureza, a resistência à tração e a absorção de água (JAGGERS, 1978). A liberação deste monômero pode estar relacionada com a toxicidade das resinas acrílicas, produzindo respostas indesejáveis no tecido mucoso de suporte das bases de próteses (TUCKER, 1981; BARTOLONI *et al.*, 2000; BOECKLER *et al.*, 2008). De acordo com a International Organization for Standardization 1567 (ISO), de 1999, a quantidade de monômero livre, presente nas resinas acrílicas, após a sua polimerização, pode alterar a comportamento do material e determinar reações de alergia no paciente. Assim, esta ISO determina que a quantidade de monômero livre deva ser no máximo de 2,2% nas resinas de termopolimerização (tipo 1) e de micro-ondas (tipo 5) e de 4,5% nas de autopolimerização (tipo 2).

Conforme relataram Moroni *et al.* (2005), há uma preocupação, desde a década de 1940, em encontrar um ciclo de polimerização que promova um maior grau de polimerização. Este fato mostra a importância do controle do tempo e da temperatura para se obter o melhor desempenho das resinas acrílicas.

Corroborando com estes fatos, Azzarri *et al.* (2003) afirmaram que a importância do controle do tempo e da temperatura é inquestionável para a obtenção de propriedades favoráveis, visto que estas estão relacionadas à seleção de um ciclo adequado de polimerização.

A ciência está sempre em evolução. Novos materiais surgem, novas técnicas de processamento são desenvolvidas e as pesquisas progredem buscando sempre obter o melhor desempenho dos materiais. O mesmo ocorre com as pesquisas na área de Materiais Dentários, assim o tema deste trabalho tem como finalidade comparar o ciclo proposto pelo fabricante, com três fases: a primeira de 3 minutos com o micro-ondas ajustado em 40% de sua potência, a segunda de 4 minutos sem ativação das micro-ondas e a terceira de 3 minutos, com o forno ajustado para 80% de sua potência; com um ciclo mais longo, com duas fases: a primeira de 20 minutos com o forno ajustado a 10% de sua potência e a segunda de 5 minutos com o forno funcionando com 40% de sua potência para verificar se existe relação entre ciclo/tempo/potência com o grau de conversão e com as propriedades de uma resina acrílica para base de prótese.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

Avaliar a influência de dois ciclos de polimerização no grau de conversão de uma resina acrílica tipo 5 utilizada na confecção de base de prótese, mostrando os efeitos destes ciclos nas seguintes propriedades:

- a. Temperatura de Transição Vítrea (Tg)
- b. Dureza Shore D
- c. Microdureza Knoop
- d. Sorção e Solubilidade
- e. Massa Específica
- f. Resistência á flexão

### 2.2 Objetivos Específicos

- a. Avaliar qual o impacto do grau de conversão nas propriedades físicas e mecânicas de uma resina acrílica.
- b. Propor um novo ciclo de polimerização para esta resina acrílica ativada por energia de micro-ondas.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 *Dos Materiais Utilizados*

Os materiais utilizados para a realização da pesquisa foram:

- ✓ Resina acrílica polimerizável por micro-ondas incolor Onda Cryl<sup>®</sup> da marca comercial Artigos Odontológicos Clássico Ltda, São Paulo, SP.
- ✓ Gesso odontológico (tipo II), da marca comercial Darlo Monteiro, produzido em Cachoeirinha, RS.
- ✓ Silicone de adição Adsil<sup>®</sup>, massa densa (tipo I), da marca comercial Vigodent S/A Indústria e Comércio, Rio de Janeiro, RJ.
- ✓ Mufla de fibrocerâmica da marca comercial Artigos Odontológicos Clássico Ltda, São Paulo, SP.
- ✓ Prensa Forte da marca comercial Artigos Odontológicos Clássico Ltda, São Paulo, SP.
- ✓ Forno de micro-ondas da marca comercial BLUEskay<sup>®</sup> do fabricante LG Electronics da Amazônia Ltda, modelo MB-315ML *intelloWAVE*, com as seguintes especificações: tensão nominal de 120V/60Hz, potência de saída de 1000 W, frequência de micro-ondas de 2450 MHz, magnetron capaz de emitir ondas nas três dimensões, capacidade interna de 32 L, prato giratório com diâmetro de 28 cm.
- ✓ Micromotor e peça reta da marca comercial Kavo do Brasil Indústria e Comercio Ltda., Joinville, SC.
- ✓ Fresa de Tungstênio TDV Ltda.
- ✓ Politriz Buheler (*Alemanha*).
- ✓ Lixas d'água de gramulações 200, 400, 600 da marca comercial 3M do Brasil, Sumaré, SP.
- ✓ Pedra pomes e branco de espanha da marca comercial Herjos, Vigodent S.A Indústria e Comércio, Rio de Janeiro, RJ.
- ✓ Paquímetro digital modelo Mitutoyo 500 – 144B H05, da Mitutoyo Sul Americana Ltda, com uma resolução de  $10^{-2}$  mm.
- ✓ Calorímetro DSC-4 (Perkin Elmer, Beaconsfield, Inglaterra).
- ✓ 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.

- ✓ Microdurômetro Shimadzu modelo HMV-2T com sistema auto C.A.M.S.
- ✓ Durômetro shore D modelo DP- 400 com display de cristal líquido (LCD) de 4 dígitos, 10 mm. A faixa de ensaio está compreendida entre 0 a 100 Shore, com tolerância de  $\pm 1\%$ .
- ✓ Dessecador, contendo sílica gel azul desidratada da marca comercial Labsynth Produtos Para Laboratórios Ltda., Diadema, SP.
- ✓ Estufa Bacteriológica De Leo e Cia Ltda. Ind. Com. Imp. e Exp. de Aparelhos Científicos – Porto Alegre, RS.
- ✓ Máquina de ensaios EMIC modelo DL 2000 da Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda – São José dos Pinhais, PR.
- ✓ Balança analítica de precisão modelo AUW220D (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japão) com uma resolução de  $10^{-5}$  g.
- ✓ Balança analítica de precisão SAE 2000, Bosch, Alemanha, com uma resolução de  $10^{-4}$  g.

### *3.2 Da Confeção dos Corpos de Prova*

Para a confecção dos corpos de prova, matrizes de aço inoxidável foram moldadas em silicone de adição da marca Adsil<sup>®</sup>, obtendo-se assim moldes de silicone que foram incluídos nas muflas posteriormente.

As muflas de fibrocerâmica foram isoladas internamente com vaselina sólida, para facilitar a remoção do gesso tipo II. O gesso foi preparado de acordo com as instruções do fabricante, sendo utilizado para o preenchimento da base da mufla e inclusão do molde de silicone. Após o tempo de presa inicial do gesso ( $\pm 10$  minutos), este foi isolado com vaselina sólida e a seguir a contra-mufla foi encaixada na base da mufla, e esta foi preenchida com gesso até a borda superior, com a utilização de um vibrador, e fechada com a tampa. Após o tempo de cristalização do gesso ( $\pm 60$  minutos), a mufla foi aberta, foram removidas as matrizes de metal do molde de silicone e este foi preenchido com a resina acrílica incolor Onda Cryl<sup>®</sup> para uso específico em forno de micro-ondas (tipo 5).

A resina acrílica foi manipulada de acordo com as especificações do fabricante. A proporção foi de 2 de pó para 1 de líquido, em gramas, determinada em balança de precisão. O preenchimento da matriz de silicone, contida na mufla, foi realizado quando a resina estava ainda na fase fibrosa, de acordo com as especificações do fabricante. Após a inserção da resina, esta foi coberta com uma folha de celofane umedecida em água, e o conjunto da mufla e contra-mufla foi fechado e prensado na prensa Forte<sup>®</sup> com uma carga de  $\pm 500$  kg. Imediatamente a mufla foi aberta para a remoção do celofane e dos excessos de resina. A seguir o conjunto foi novamente prensado com uma carga de  $\pm 1000$  kg, e neste momento a base da mufla, contra-mufla e tampa foram fixadas com parafusos. Após  $\pm 30$  minutos, foi iniciada a polimerização no forno de micro-ondas.

Antes de ir para o forno de micro-ondas, foi realizada a divisão das muflas em dois grupos. A metade das muflas foi polimerizada com o ciclo do fabricante, e a outra metade, com um ciclo modificado, porém todas foram polimerizadas no mesmo forno de micro-ondas de 1000 W. O ciclo do fabricante (G1) com três fases: a primeira de 3 minutos com o micro-ondas ajustado em 40% (400 W) de sua potência, a segunda de 4 minutos sem ativação das micro-ondas e a terceira de 3 minutos, com o forno ajustado para 80% (800 W) de sua potência. O ciclo proposto (G2) compôs-se de duas fases: a primeira de 20 minutos com o forno ajustado a 10% (100 W) de sua potência e a segunda de 5 minutos com o forno funcionando com 40% (400 W) de sua potência.

Após o processo de polimerização, as muflas foram colocadas em uma bancada de trabalho até seu completo resfriamento (aproximadamente 4 horas). A seguir, as muflas foram abertas e os corpos de prova foram retirados do molde de silicone. Os corpos de prova receberam acabamento, utilizando-se para tal fim de micro-motor, peça reta e fresa de tungstênio. A seguir estes foram regularizados com lixas de granulação 200, 400 e 600 até atingirem as dimensões pré-estabelecidas, as quais foram conferidas com o auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo<sup>®</sup>). O polimento foi realizado na politriz, com material abrasivo a base de pedra pomes e, sequencialmente, de branco de espanha, por  $\pm 5$  minutos com cada material, a fim de dar lisura e brilho à superfície dos corpos de prova.

As fotografias enumeradas de 1 a 9 ilustram algumas etapas da confecção dos corpos de prova.



Fotografia 1. Apresentação comercial da resina acrílica Ondacryl<sup>®</sup> (líquido e pó) utilizada no estudo.



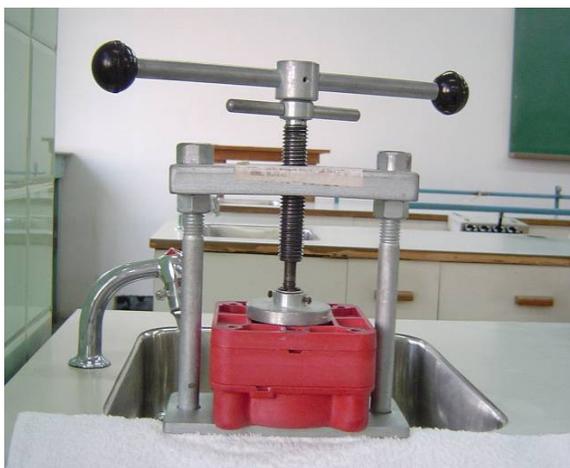
Fotografia 2. Determinação da massa do pó e do líquido em balança de precisão



Fotografia 3. Fase arenosa da mistura pó/líquido



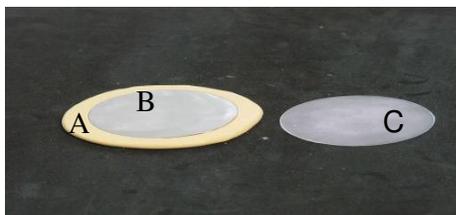
Fotografia 4. Fase fibrilar da mistura pó/líquido



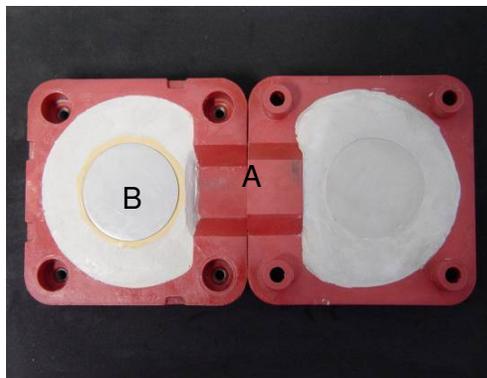
Fotografia 5. Prensagem da mufla contendo resina acrílica no seu interior



Fotografia 6. Mufla dentro do forno de micro-ondas para a polimerização



Fotografia 7. Molde de silicone em forma de disco (A) Matriz de aço inoxidável em forma de disco (B) Corpo de prova de resina acrílica (C)



Fotografia 8. Mufla de fibrocerâmica (A) Matriz de aço inoxidável em forma de disco (B)



Fotografia 9. Mufla de fibrocerâmica(A) com matriz de aço (B) incluída em molde silicone (C)

### 3.3 Dos Ensaios Realizados

#### 3.3.1 Temperatura De Transição Vítreia ( $T_g$ )

Para este ensaio foram confeccionados oito corpos de prova para cada grupo. De cada corpo de prova foram retirados fragmentos de resina acrílica de aproximadamente 10 mg, com o auxílio de um estilete. Estes fragmentos foram

inseridos em cápsulas de alumínio e submetidos a uma variação de temperatura de 50°C até 190°C, com uma taxa de aquecimento de 10°C ou 20°C por minuto, sendo a Tg determinada no segundo ciclo de aquecimento.

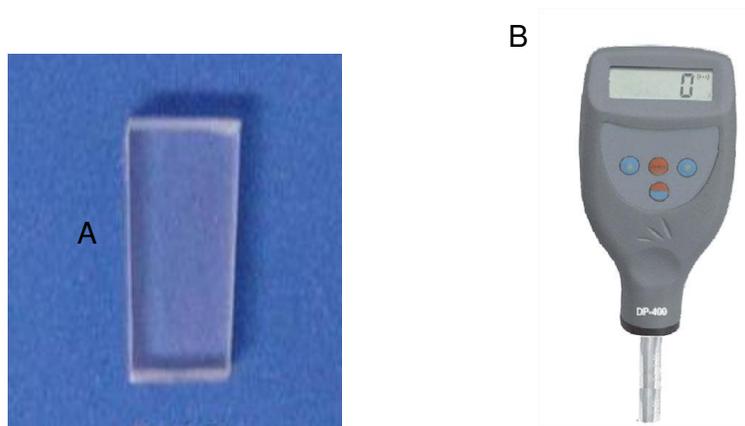
O equipamento utilizado para este ensaio foi o calorímetro DSC-4. A Tg foi determinada em °C por meio do método termoanalítico, denominado Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). O DSC é uma técnica que avalia a diferença de fluxo de calor entre o corpo de prova e uma referência padrão em função da temperatura do sistema, à medida que o corpo de prova é aquecido ou resfriado a uma taxa de fluxo de calor constante.

### 3.3.2 Dureza Shore D

Para este ensaio foi utilizada a norma ASTM D 2583-95. Foram produzidos oito corpos de prova, para cada grupo, de formato retangular com as dimensões de 20 mm de comprimento, 10 mm de largura, 2 mm de espessura, como mostra a fotografia 10A.

A dureza Shore D foi realizada com o durômetro shore D modelo DP-400 (fotografia 10B) que possui display de cristal líquido (LCD) de quatro dígitos de 10 mm, com dispositivo de impacto integrado do tipo D. A faixa de ensaio está compreendida entre 0 a 100 Shore, com tolerância de  $\pm 1\%$ .

Para a realização deste ensaio foram executadas 10 endentações na superfície de cada corpo de prova. A média aritmética dos valores obtidos nestas endentações foi definida como o valor de dureza shore D para cada corpo de prova.

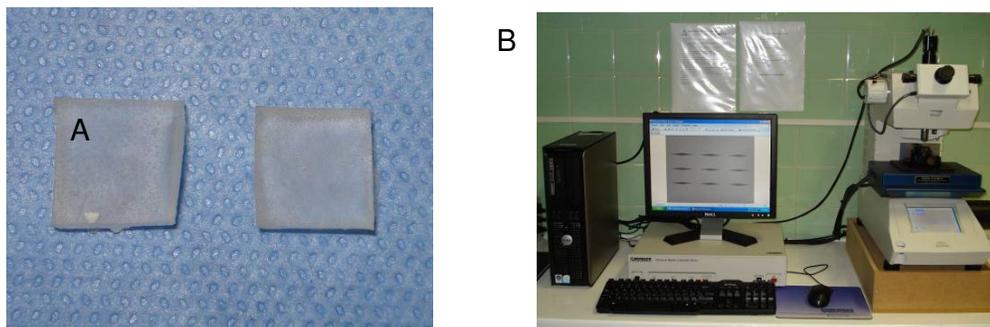


Fotografia 10: Corpo de prova utilizado para a determinação de Dureza Shore D, Grau de Conversão e Temperatura de Transição Vítreia (A); Durômetro shore D modelo DP-400 (B)

### 3.3.3 Microdureza Knoop

Os corpos de prova utilizados para a realização do ensaio de Microdureza Knoop tinham formato cubóide com aproximadamente 10 mm de comprimento e largura e 2 mm de espessura, conforme mostra a fotografia 11A. Foram confeccionados 10 corpos de prova para cada grupo (G1 e G2).

O Microdurômetro Shimadzu<sup>®</sup> (HMV-2T) com sistema auto C.A.M.S, mostrado na Fotografia 11B , foi utilizado para determinar a micro-dureza Knoop. Foram realizadas 9 endentações na superfície de cada corpo de prova. A média aritmética dos valores obtidos nestas endentações foi o valor definido para a micro-dureza Knoop.



Fotografia 11. Corpos de prova utilizados para o ensaio de Micro-dureza Knoop (A)  
Microdurômetro Shimadzu<sup>®</sup> (B)

O valor de micro-dureza Knoop (KHN) foi obtido através da medida da diagonal maior de uma penetração losangular, deixada pelo penetrador de diamante de formato piramidal, conforme ilustra o Desenho 1. O valor da diagonal foi medido em  $\mu\text{m}$ , a partir de um software acoplado ao microdurômetro. A carga aplicada foi de 10 g durante 10 s. O cálculo da micro-dureza foi realizado baseado na equação:

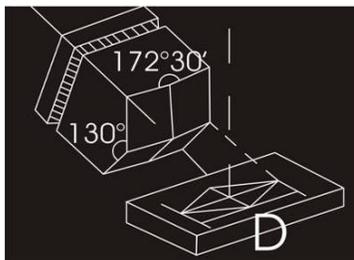
$$KHN = [ (14228 c) / (d^2) ] \quad \text{em que:}$$

14228 é o valor de uma constante

c é a carga aplicada em gramas

d é a diagonal maior deixada pela penetração em  $\mu\text{m}$

Porém, o valor foi calculado diretamente pelo software sem necessidade de cálculos manuais.



Desenho 1. Esquema representativo da ponta de diamante que faz a penetração no corpo de prova demonstrando a marca resultante desta penetração.

### 3.3.4 Grau de Conversão

Para este ensaio, foram produzidos oito corpos de prova, para cada grupo, de formato retangular com dimensões de 20 mm de comprimento, 10 mm de largura, 2 mm de espessura (iguais aos utilizados no ensaio de Dureza Shore D).

O grau de conversão do monômero foi analisado por meio de micro-espectroscopia Raman, pelo modo de retro-espalhamento. 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 pelo cálculo das áreas dos picos Raman correspondentes às ligações C=C ( $1650 \text{ cm}^{-1}$ )<sup>78</sup> e às ligações C=O ( $1750 \text{ cm}^{-1}$ )<sup>79</sup> 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 polímero sólido, fez-se o cálculo, por meio de um software, do grau de conversão monômero/polímero de acordo com a equação:

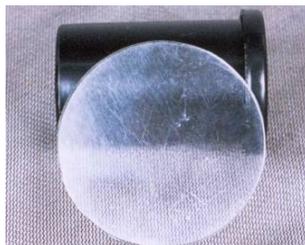
$$\text{Conversão} = 100 - \left[ \frac{\left( \frac{A_{C=C}}{A_{C=O}} \right)_{\text{polímero}}}{\left( \frac{A_{C=C}}{A_{C=O}} \right)_{\text{monomero}}} \right] \times 100$$

em que:

A = área da banda

### 3.3.5 Sorção e Solubilidade

Para cada grupo foram confeccionados cinco corpos de prova, em forma de disco, com 50,00 mm ( $\pm 0,50$  mm) de diâmetro e 0,5 mm ( $\pm 0,05$  mm) de espessura (Fotografia 12).



Fotografia 12. Corpo de prova utilizado para os ensaios de Sorção e Solubilidade

#### 3.3.5.1 Ensaio para determinação da Sorção

O ensaio foi realizado de acordo com o item 8.8.4.1 da ISO 1567. Este ensaio avalia o ganho em massa dos corpos de prova. Segundo esta norma o aumento de massa não pode ultrapassar  $32 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  (microgramas por milímetro cúbico), após sua imersão em água destilada por sete dias.

Para a obtenção de massa constante, denominada  $M_1$  (massa seca inicial), os corpos de prova foram colocados num dessecador contendo sílica gel misturada com escamas de cloreto de cálcio. O dessecador foi colocado em estufa durante 24 horas a  $37^\circ\text{C}$ . Transcorrido este tempo, o dessecador foi mantido à temperatura ambiente durante uma hora e só então foi realizada a medida da massa dos corpos de prova. Esta medida 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 :

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

$V$  é o volume do corpo de prova em  $\text{mm}^3$

$r$  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 de prova foram imersos, individualmente, em 50 mL de água deionizada e mantidos a 37°C na estufa durante sete dias consecutivos. Após este tempo, os corpos de prova foram removidos da água e secos em toalha de papel absorvente até que não apresentassem umidade visível na superfície e agitados no ar durante 15 segundos. Após um minuto, foram colocados na balança para a determinação da massa, denominada  $M_2$  (massa inchada).

A seguir, estes corpos de prova foram novamente colocados no dessecador, e todo o conjunto (dessecador e corpos de prova) foi mantido em uma estufa na temperatura de 37°C para que pudessem ser recondicionadas até obter uma massa constante. As medidas da massa foram realizadas de acordo com a descrição anterior, até se obter uma massa constante, denominada  $M_3$  (massa seca final).

O valor da sorção, expresso em  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ , foi calculado com a equação:

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

$M_2$  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 ( $\text{mm}^3$ ) calculado conforme equação já citada.

### 3.3.5.2 Ensaio para determinação da Solubilidade

O ensaio de solubilidade foi realizado de acordo com o item 8.8.4.3 da ISO 1567. Este ensaio avalia a perda de massa dos corpos de prova, o qual não deve ultrapassar  $1,6 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  para as resinas tipo 1 e 5; e  $8 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  para a resina tipo 2, após imersão em água, durante sete dias, e o recondicionamento a um valor de massa constante.

Este ensaio foi realizado 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.

O valor da solubilidade, expresso em  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ , foi calculado conforme a equação:

$Solubilidade = [(M_1 - M_3) / V]$  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 ( $\text{mm}^3$ ), calculado conforme equação já citada.

### 3.3.6 Massa Específica

Para a determinação da massa específica foi utilizada a balança analítica de precisão SAE 2000, com uma resolução de  $10^{-4}\text{g}$  conforme ilustra a Fotografia 13. Para este ensaio, foram confeccionados 10 corpos de prova em formato cúbico com aresta de 10 mm.

A massa específica ( $\rho_{\text{corpo de prova}}$ ) foi determinada por imersão em um não-solvente (acetato de *n*-butila), de acordo com a norma ASTM 792-91.

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

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

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

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

A seguir foi determinado o volume de líquido deslocado pelo corpo de prova com a seguinte equação:

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

$m_s$  = massa do corpo de prova suspensa no ar

$m_i$  = massa do corpo de prova imersa no líquido

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

Com este valor, determinou-se a massa do líquido deslocado, aplicando a seguinte equação:

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

Com o valor da massa do líquido deslocado, determinou-se a massa específica do corpo de prova ( $\rho_{\text{corpo de prova}}$ ) aplicando a seguinte equação:

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

$\rho_{\text{líquido } 23^{\circ}\text{C}}$  = 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 suspensa no ar

$m_a$  = massa do recipiente perfurado que é usado para colocar o corpo de prova



Fotografia 13. Balança de precisão usada no ensaio de determinação da massa específica  
**a** - Posição do corpo de prova suspenso no ar **b** - Posição do corpo de prova dentro do recipiente que é imerso no líquido **c** – Béquero com o líquido dentro do qual o corpo de prova é imerso.

### 3.3.7 Resistência à Flexão

O ensaio de resistência à flexão foi realizado de acordo com o item 8.5.1.3 da ISO 1567 (Desenho 2). 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.

Foram produzidos oito corpos de prova, para cada grupo (G1 e G2), de formato retangular com as dimensões de 50 mm de comprimento, 10 mm de largura, 2 mm de espessura, como mostra a fotografia 14.



Fotografia 14. Corpos de prova utilizados para o ensaio de resistência à flexão

O ensaio consistiu 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 encontrava apoiado nas duas extremidades (Desenho 2). A carga foi aplicada até a ruptura do corpo de prova. A célula de carga foi de 20 kN e a distância entre os apoios foi de 47,8 mm.

O valor da resistência à flexão, expresso em MPa, foi calculado conforme a equação:

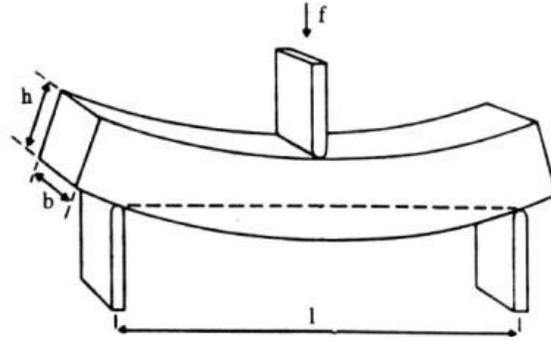
$$R = [ (3fl) / (2bh^2) ] \quad \text{em que:}$$

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



Desenho 2. Esquema representativo do ensaio de resistência à flexão

## 4 RESULTADOS

### 4.1 Da Análise Estatística

Para análise estatística foi realizado o teste t de Student para amostras não pareadas, visto que as amostras eram independentes. O nível de significância do estudo foi de 5% para o ensaio de resistência à flexão e de 1% para os demais ensaios.

### 4.2 Dos resultados encontrados

A Tabela I mostra os resultados encontrados nos ensaios de Temperatura de Transição Vítreas (Tg) expresso em Grau Centígrado e Grau de Conversão expresso em porcentagem nos grupos G1 e G2.

**Tabela I:** Resultados dos ensaios de Temperatura de Transição Vítreas (Tg) e Grau de Conversão para os grupos G1 e G2

CP	Tg (°C)		Grau de Conversão (%)	
	G1	G2	G1	G2
1	101,2	103,4	90	94
2	100,5	104,1	89	92
3	100,9	104,2	89	92
4	101	103,7	90	94
5	102,1	101,6	91	95
6	102,4	103,9	91	95
7	100,6	104,6	89	94
8	101,2	104,5	91	94
<b>Média</b>	<b>101</b>	<b>104</b>	<b>90</b>	<b>94</b>
<b>DP</b>	<b>0,7</b>	<b>0,9</b>	<b>0,9</b>	<b>1,2</b>

p<0,001

A Tabela II mostra os resultados encontrados nos ensaios de dureza Shore D e Microdureza Knoop nos grupos G1 e G2.

**Tabela II:** Resultados dos ensaios de Dureza Shore D e Microdureza Knoop para os grupos G1 e G2

CP	Dureza Shore D		Microdureza Knoop	
	G1	G2	G1	G2
1	82	88	19,2	21,2
2	82	89	19,0	20,4
3	80	91	19,2	19,5
4	81	89	19,1	20,4
5	81	91	18,8	20,8
6	83	91	18,7	19,9
7	83	91	19,0	21,7
8	82	90	18,8	19,5
9	-	-	18,8	19,6
10	-	-	18,4	19,5
<b>Média</b>	<b>82</b>	<b>90</b>	<b>18,9</b>	<b>20,3</b>
<b>DP</b>	<b>1,0</b>	<b>1,2</b>	<b>0,2</b>	<b>0,8</b>

p<0,001

A Tabela III mostra os resultados encontrados nos ensaios de Sorção e Solubilidade, expressos em  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ , nos grupos G1 e G2.

**Tabela III:** Resultados dos ensaios de Sorção e Solubilidade para os grupos G1 e G2

CP	Sorção ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )		Solubilidade ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )	
	G1	G2	G1	G2
1	27,8	20,1	1,41	0,78
2	29,1	21,1	1,39	0,9
3	29,7	20,9	1,38	0,9
4	27,8	20,8	1,39	0,89
5	28,9	21,5	1,37	0,87
<b>Média</b>	<b>28,7</b>	<b>20,1</b>	<b>1,39</b>	<b>0,87</b>
<b>DP</b>	<b>0,8</b>	<b>0,5</b>	<b>0,01</b>	<b>0,05</b>

p<0,001

A Tabela IV mostra os resultados encontrados no ensaio de Resistência à Flexão, expresso em MPa, nos grupos G1 e G2.

**Tabela IV:** Resultados para os ensaios Resistência à Flexão para os grupos G1 e G2

CP	Resistência a Flexão	
	G1	G2
1	94,8	108,0
2	77,7	80,6
3	91,7	83,3
4	86,6	119,5
5	69,5	102,7
6	78,1	85,5
7	95,8	80,1
8	68,9	111,3
9	72,2	82,2
10	70,3	81,7
<b>Média</b>	<b>80,6</b>	<b>93,5</b>
<b>DP</b>	<b>10,8</b>	<b>15,2</b>

p<0,004

A Tabela V mostra os resultados encontrados no ensaio de Massa Específica, expresso em g/cm<sup>3</sup>, nos grupos G1 e G2.

**Tabela V:** Resultados do ensaio de Massa Específica para os grupos G1 e G2

CP	Massa Específica	
	G1	G2
1	1,179	1,191
2	1,1802	1,1889
3	1,1811	1,192
4	1,181	1,1921
5	1,1791	1,1908
6	1,1795	1,1918
7	1,1812	1,1892
8	1,1805	1,1879
9	1,1817	1,1917
10	1,1789	1,1921
<b>Média</b>	<b>1,1802</b>	<b>1,1901</b>
<b>DP</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>

p<0,001

A Tabela VI mostra a média e desvio padrão das propriedades avaliadas nos grupos G1 e G2.

**Tabela VI:** Médias (MD) e Desvios Padrão (DP) do resultados encontrados nas propriedades analisadas para os grupos G1 e G2

Ensaio	p	MD±DP no G1	MD±DP no G2
<i>Tg (°C)</i>	p<0,001	101±0,7	104±0,9
<i>Grau de Conversão (%)</i>	p<0,001	90±0,9	94±1,2
<i>Dureza Shore D</i>	p<0,001	82±1,0	90±1,2
<i>Micro-dureza Knoop</i>	p<0,001	18,9±0,2	20,3±0,8
<i>Sorção (µg/mm<sup>3</sup>)</i>	p<0,001	28,7±0,8	20,1±0,5
<i>Solubilidade (µg/mm<sup>3</sup>)</i>	p<0,001	1,39±0,01	0,87±0,05
<i>Resistência a Flexão (MPa)</i>	p<0,004	80,6±10,8	93,5±15,2
<i>Massa Específica (g/cm<sup>3</sup>)</i>	p<0,001	1,1802±0,001	1,1901±0,0015

De acordo com os resultados obtidos nos ensaios realizados no presente estudo e após a análise estatística, observou-se que os resultados encontrados para as propriedades de sorção, solubilidade, resistência à flexão, estavam dentro das especificações da ISO 1567. Porém, cabe ressaltar que os corpos de prova polimerizados no ciclo proposto (G2) apresentaram valores superiores aos polimerizados no ciclo recomendado pelo fabricante (G1) em todas as propriedades, sendo estes valores estatisticamente significativos.

## 5 DISCUSSÃO

O material utilizado neste estudo foi a Resina Acrílica Incolor Onda Cryl<sup>®</sup> para polimerização em micro-ondas, sendo a sua apresentação comercial na forma de pó/líquido. O pó é composto por pérolas de copolímeros de (poli)metacrilato de metila e acrilato de etila, um plastificante, o ftalato de butila, e, em algumas apresentações comerciais, há a adição de corantes e fibras de nylon. O líquido contém o monômero, metacrilato de metila, e um agente de ligação cruzada, o etilenoglicol dimetacrilato (MACHADO, 2005; MOREIRA-DA-SILVA *et al.*, 2006; FORTES, 2007; YAMAMOTO *et al.*, 2008).

De acordo com as especificações da ISO 1567, foi utilizada uma resina acrílica do tipo 5, isto é, uma resina que necessita de energia de micro-ondas para iniciar sua polimerização. Segundo De Clerck (1987) a energia de micro-ondas atinge a superfície e as partes mais internas do objeto irradiado e desta maneira, há um aquecimento rápido e uniforme na massa do material. Alguns autores referem que as micro-ondas atuam sobre o monômero e também promovem a decomposição do peróxido de benzoíla, formando radicais livres, os quais são os responsáveis por iniciar o processo de polimerização. A polimerização reduz o número de moléculas de monômero e aumenta o grau de conversão do polímero (DE CLERCK, 1987; SALOMÃO, 2001; MACHADO, 2005; FORTES, 2007). Diversos autores (ALMEIDA, 2001; SALOMÃO, 2001; PAES JUNIOR, 2005; PERO, 2005; FORTES, 2007; SANTOS *et al.*, 2007; YAMAMOTO *et al.*, 2008), relataram que desde 1968 há estudos comprovando que esta forma de polimerização apresenta propriedades semelhantes às encontradas nas resinas de termopolimerização (tipo 1).

Niesser e Olivieri (2001) compararam resinas de termopolimerização e resinas polimerizadas por energia de micro-ondas (tipo5) quanto à resistência ao impacto e à dureza superficial do material. Constataram que estas últimas resinas apresentaram resultados melhores estatisticamente significativos. Portanto, a energia de micro-ondas pode ser utilizada como energia de ativação, apresentando diversas vantagens, tais como: facilidade de processamento, sensível redução no tempo de polimerização, características estéticas aceitáveis, boa estabilidade dimensional, além de bons resultados nas suas propriedades físicas e mecânicas (LAI *et al.*, 2003; JORGE, 2005; PAES JUNIOR, 2005; MOREIRA-DA-SILVA *et al.*, 2006; FORTES, 2007; SANTOS *et al.*, 2007; YAMAMOTO *et al.*, 2008). Machado

(2005) e Moroni *et al.* (2005) salientaram a importância da seleção de melhores métodos de polimerização para se obter um material que apresente propriedades satisfatórias, o que proporcionaria maior conforto e segurança para o paciente.

Almeida (2001) ressaltou que esta é uma técnica bastante sensível, pois a energia de micro-ondas gera um aquecimento muito rápido, fazendo com que qualquer descuido no tempo ou na potência do forno em que se está polimerizando a resina acarrete sérias conseqüências nas propriedades deste material. Em função disto, o presente estudo propôs um ciclo alternativo de polimerização, a fim de melhorar as propriedades da resina acrílica. Para diversos autores (SALOMÃO, 2001; LAI *et al.*, 2003; PAES JUNIOR, 2005; PERO, 2005; MOREIRA-DA-SILVA, *et al.*, 2006; SOARES, *et al.*, 2008; YAMAMOTO *et al.*, 2008), o ponto mais importante em um ciclo de polimerização é o controle da temperatura, para que não ocorra a ebulição do monômero. Segundo Phillips (1993), na temperatura de 100,8°C, o monômero de metacrilato de metila sofre volatilização, podendo prejudicar as propriedades físicas e mecânicas da resina, visto que esta volatilização pode determinar porosidade. Almeida (2001), Lai *et al.* (2003) e Pero (2005) concordaram que o aumento da potência de irradiação e a diminuição do tempo de polimerização podem aumentar a temperatura interna da resina ocasionando porosidade. Este mecanismo ocorre porque a rápida formação de radicais ativados aumenta a velocidade da reação, o que gera um aumento na temperatura interna da resina, já que cada mol de moléculas polimerizadas libera 12,9 kcal. Este calor liberado na reação de polimerização (que é exotérmica), pode levar à evaporação do monômero. Diversos autores (KIMURA *et al.*, 1983, AL DOORI *et al.*, 1988; WALLACE *et al.*, 1991) relataram que a polimerização com energia de micro-ondas, por meio de ciclos de polimerização mais longos e com menores potências de irradiação são mais eficazes e não causam prejuízo às propriedades físico-mecânicas da resina.

Com esta linha de pensamento, foi proposto neste estudo, um ciclo alternativo de polimerização (G2) constituído de duas etapas: uma etapa longa, de 20 minutos com baixa potência de irradiação e uma etapa curta, de 5 minutos com potência mais elevada. Esta idéia está de acordo com o que Paes Junior (2005) referiu em seu estudo, de que um aumento da temperatura, no final do ciclo de polimerização, podia complementar a polimerização da resina, já que grande parte do monômero teria sido convertido em polímero, minimizando o risco de o monômero entrar em ebulição.

No ciclo proposto pelo fabricante (G1), duas de suas três etapas possuem uma potência elevada de irradiação (na primeira etapa de 40% e na terceira de 80%). Este ciclo também foi utilizado por Salomão (2001) e Pero (2005), que concordaram que a primeira etapa do ciclo, com potência mais baixa, levou a uma melhor polimerização, a etapa de repouso permitiu a propagação do calor e a etapa final, com uma potência maior, foi responsável pelo aumento do grau de conversão de monômero em polímero, o que aumentou o grau de conversão e diminuiu a porosidade dos corpos de prova.

No presente estudo foram avaliadas diferentes propriedades físicas e mecânicas comparando os ciclos de polimerização citados. A análise dos resultados mostrou que houve uma melhora estatisticamente significativa em todas as propriedades analisadas no grupo G2, quando comparadas com as do G1. Estes resultados corroboram os achados de Pero (2005), que avaliou a percentagem de porosidade em resinas acrílicas de termopolimerização e de polimerização por energia de micro-ondas. Neste estudo, o autor variou o ciclo de polimerização e a espessura do corpo de prova. Referiu que obteve menores valores percentuais de porosidade, valores que foram estatisticamente significativos nos corpos de prova com espessuras de 2 e 3 mm, quando polimerizados num ciclo mais longo. Referiu ainda que corpos de prova com espessura de 5 mm, quando polimerizados num ciclo semelhante ao do presente estudo, mostraram melhores resultados. Fortes (2007) também comparou diferentes ciclos de polimerização em resinas acrílicas de duas marcas comerciais distintas. Os seus resultados mostraram que um ciclo mais longo de polimerização melhorou as propriedades físicas e mecânicas, quando comparados àqueles obtidos no ciclo curto.

A determinação do grau de conversão monômero/polímero foi realizada da seguinte maneira: inicialmente, o líquido da resina acrílica (metacrilato de metila) foi utilizado como referência, pois contém 100% de ligações insaturadas, isto é, C=C não reagidas. O modo vibracional desta ligação (C=C) determina um pico de  $1650\text{ cm}^{-1}$ . O modo vibracional da ligação C=O determina um pico de  $1750\text{ cm}^{-1}$ . Estas últimas ligações também são utilizadas como referência interna, pois não sofrem alterações com a polimerização, estando presentes tanto no monômero não reagido, quanto no polímero. Os valores encontrados para o grau de conversão foram estatisticamente significativos. O G1 apresentou uma percentagem média de 90% de

grau de conversão, e este valor foi inferior ao G2, que apresentou grau de Conversão de 93%.

Os espectros RAMAN indicam que depois da polimerização houve diminuição na área correspondente ao pico das ligações C=C, quando comparada à área encontrada no espectro RAMAN do líquido, para ambos os ciclos. Quando os espectros de G1 e G2 foram comparados entre si, a área encontrada, referente à dupla ligação C=C, nos corpos de prova polimerizados no ciclo do G2 foi menor do que aquela encontrada nos corpos de prova do G1. Este fato mostra que houve maior conversão das ligações duplas entre carbonos em ligações simples, no ciclo longo, determinando assim maior grau de conversão monômero/polímero neste ciclo. Fortes (2007) referiu que esta variação no grau de conversão entre os ciclos de polimerização pode ser decorrente da cinética de polimerização do material. Sugeriu ainda que uma potência inicial de irradiação muito elevada em um curto espaço de tempo poderia levar a formação de radicais livres e a terminação da polimerização simultaneamente, ou que durante este ciclo não se formaria uma quantidade de radicais livres suficiente para a formação de um grande número de cadeias poliméricas, o que comprometeria as propriedades da resina. O ciclo mais longo com baixa potência formaria mais radicais livres, o que acarretaria um maior número de cadeias poliméricas, ou seja, um maior grau de conversão, permitindo inferir que houve uma redução na quantidade de monômero livre (URBAN, 2003; PAES JUNIOR, 2005; FORTES, 2007).

Sabendo-se que o grau de conversão das resinas pode influenciar nas demais propriedades do material, Paes Junior (2005) avaliou o grau de conversão de diferentes resinas de termopolimerização e polimerização por energia de micro-ondas e concluiu que estas últimas apresentaram os maiores percentuais de conversão de monômero em polímero. Machado (2005) avaliou a utilização da energia de micro-ondas para complementar a polimerização de resinas acrílicas de autopolimerização. Este ciclo de pós-polimerização foi responsável pela redução de quatro vezes na quantidade de monômero livre e também apresentou aumento no grau de conversão e na temperatura de transição vítrea. Este resultado foi atribuído a uma maior reticulação entre as cadeias poliméricas e também ao aumento no número de cadeias formadas em decorrência desta irradiação adicional.

A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) representa a mudança da massa polimérica do estado vítreo para o estado elástico (ANUSAVICE, 2000) e pode ser observada no DSC como uma mudança na linha de base. Neste estudo, a  $T_g$  média verificada nos corpos de prova polimerizados pelo ciclo do fabricante foi inferior a  $T_g$  média do ciclo longo, sendo este valor estatisticamente significativo. A  $T_g$  foi determinada durante o segundo aquecimento. Fortes (2007) relatou que durante o primeiro aquecimento pode ocorrer a polimerização de monômeros não reagidos, presentes no material sólido, apresentando assim um valor menor de  $T_g$ .

Craig (1997) afirmou que a presença de monômero livre diminui a  $T_g$  do material, e ainda referiu que um baixo valor de  $T_g$  significa um menor grau de conversão de ligações insaturadas entre carbonos (C=C), ou seja, menor conversão de monômero em polímero. Szewkies (2003) referiu que esta relação entre  $T_g$  e grau de conversão existe, porém não é linear. Este autor afirmou que o aumento de  $T_g$  e do grau de conversão ocorrem devido ao aumento da massa molar e da densidade de ligações cruzadas do polímero.

Foram realizados dois ensaios para a determinação da dureza superficial da resina acrílica, a microdureza Knoop e a dureza Shore D. O primeiro é amplamente utilizado em estudos da área odontológica; já o último é mais utilizado em pesquisa no campo da Engenharia, pois serve para avaliar a dureza de diferentes polímeros rígidos, borrachas duras, fórmicas, epoxies e plexiglass. Ambos os ensaios podem ser realizados para a avaliação da dureza das resinas acrílicas e, neste estudo, tiveram a finalidade de comparar seus resultados, a fim de incentivar a utilização do ensaio de Dureza Shore D na Odontologia, pois é um ensaio de execução bastante simplificada e de resultados confiáveis.

Apesar de apresentarem escalas diferentes, após a interpretação dos resultados, observou-se que ambos os ensaios foram capazes de detectar diferenças existentes nos dois ciclos, sendo favoráveis ao ciclo longo. Os valores encontrados nestes dois ensaios mostraram diferença estatisticamente significativa entre os dois ciclos. Anusavice (2000) e Teixeira (2008) relataram que o grau de polimerização da resina interfere na sua dureza, e esta, por sua vez, pode interferir em outras propriedades, como a resistência ao desgaste e à deterioração superficial do material.

Miessi *et al.* (2008) avaliaram a microdureza Knoop de resinas acrílicas polimerizadas em forno de micro-ondas e polimerizadas em banho de água. A

análise foi realizada antes e após a armazenagem dos corpos de prova em água destilada, por um período de seis meses. Antes da armazenagem, os corpos de prova apresentaram valores de 17,28 a 18,36, sem apresentar diferença estatística entre os tipos de resina utilizados. Após a armazenagem de seis meses houve uma redução nos valores da microdureza, porém para resina de termopolimerização este valor foi estatisticamente significativo. O autor concluiu, que estando o material exposto a um meio aquoso, uma reação de hidrólise começa a ocorrer, chegando a atingir uma taxa suficiente para provocar uma diminuição nas propriedades físicas das resinas acrílicas e, conseqüentemente, na microdureza superficial. Baseada nas reações, que as resinas acrílicas podem sofrer em meios líquidos, Hehn (2001) avaliou o efeito da desinfecção com ácido peracético 0,2% em resinas quimicamente ativadas e de termopolimerização. Avaliou os valores de sorção, solubilidade e microdureza superficial Knoop após a imersão dos corpos de prova por 10 minutos na solução de ácido peracético 0,2% e mais 5 minutos imersos em água destilada. Todos os valores encontrados neste estudo não apresentaram diferença estatisticamente significativa, ou seja, os corpos de prova não sofreram alterações devido à utilização do ácido peracético.

Miessi *et al.* (2008) referem que a variação nos valores de microdureza apresentados pelos diferentes tipos de resina acrílica está relacionada com a diferença existente entre os níveis de monômero livre presente no material sólido, visto que a microdureza é inversamente proporcional a quantidade de monômero livre (JAGGER, 1978; LEE *et al.*, 2002). Contrariando estes achados, Teixeira (2008) não encontrou diferença estatisticamente significativa no ensaio de dureza superficial que comparou compósitos à base de Bis Acrilatos com uma resina de autopolimerização reforçada com diferentes concentrações de alumina. Concluiu que a quantidade de monômero livre aumentou com a adição de alumina na massa da resina acrílica.

Almeida (2001) comparou a dureza superficial de resinas acrílicas, após a aplicação de três diferentes técnicas de polimerização: polimerização por micro-ondas; polimerização por banho de água e polimerização por banho de água com aplicação adicional de pressão. O maior valor encontrado no experimento foi da técnica convencional de banho de água, porém não houve diferença estatística significativa entre as três técnicas. Reitz, Sanders e Levin já haviam encontrado resultados semelhantes em 1985, em um estudo em que avaliaram a polimerização

por banho de água e por micro-ondas. Estes autores não encontraram diferença estatisticamente significativa entre os grupos avaliados, sendo que a dureza foi semelhante em ambas as técnicas de polimerização.

Para Salomão (2001), a sorção é um fenômeno simultâneo de absorção e adsorção, sendo o primeiro descrito como a ação ou efeito de absorver ou fixar uma substância, geralmente líquida ou gasosa, no interior da massa de um material, normalmente sólido. Este processo resulta de um conjunto complexo de reações químicas, atrações eletrostáticas e fenômenos de capilaridade. Já a adsorção foi descrita como a fixação de moléculas de uma substância (adsorvato) na superfície de outra substância (adsorvente). Já a solubilidade é descrita como a medida da capacidade que uma substância tem de se dissolver em outra, expressa pela quantidade da solução saturada da primeira na segunda.

De acordo com as especificações da ISO 1567, de cada quatro corpos de prova testados, três deles devem ser aprovados nos ensaios de sorção e solubilidade. Esta avaliação deve ser feita individualmente para cada corpo de prova e cada um deles deve atender as exigências da norma que estabelece o valor máximo de  $32\mu\text{g}/\text{mm}^3$  para sorção e de  $1,6\mu\text{g}/\text{mm}^3$  para a solubilidade. Neste trabalho foram utilizados cinco corpos de prova para cada grupo, este aumento no número de corpos de prova se deve ao interesse de reforçar os achados.

Pero *et al.* (2009) fizeram um estudo para determinar o tempo mínimo necessário para a estabilização da massa dos corpos de prova de uma resina acrílica durante períodos de secagem e sorção de água em função do tipo de resina, solução de armazenamento e formato do corpo de prova. Concluíram que o tipo de resina (polimerizada por banho de água ou por micro-ondas) e a solução de armazenamento (água destilada pura ou soluções de cloreto de cálcio anidro) não influenciaram nos períodos de secagem e sorção de água, porém o formato do corpo de prova apresentou diferença: o corpo de prova retangular necessitou de menor tempo para estabilizar sua massa, já a base protética maxilar necessitou de um tempo maior para que ocorresse esta estabilidade. Segundo Salomão (2001), há uma divergência entre os autores sobre o tempo de armazenamento dos corpos de prova para a estabilização da massa. Devido a diferentes metodologias estes valores variam de 24 horas até 1 ano. Neste trabalho foi utilizado um período de sete dias de armazenamento, por ser o período preconizado pela norma ISO 1567 para os ensaios de sorção e solubilidade. Da mesma forma, a temperatura de

armazenamento (37°C) foi indicada pela norma. Os estudos de Skinner e Copper (1943), Cury (1992), Dogan *et al.* (1995), Salomão (2001) referiram que a resina acrílica deve ser submetida às situações semelhantes às condições de uso na cavidade oral.

Os valores de sorção de ambos os ciclos ficaram baixo dos valores limites referidos pela especificação 1567 da ISO. Porém, quando os ciclos foram comparados entre si, os valores médios de G2 (20,1µg/mm<sup>3</sup>) foram melhores que os obtidos em G1 (28,7µg/mm<sup>3</sup>), apresentando diferença estatisticamente significativa. Segundo Phillips (1993), após a polimerização, as cadeias moleculares de (poli)metacrilato de metila apresentam uma conformação espacial heterogênea e altamente complexa com espaços vazios descontínuos e desiguais em seus interstícios, o que facilita a sorção de água. Para alguns autores (HEHN, 2001; SALOMÃO, 2001; PERO *et. al*, 2009), a presença física destes espaços tem íntima relação com as propriedades de sorção e solubilidade. Corroborando estes estudos, Ferracane (2006), defendeu que a sorção depende da densidade de ligações cruzadas da rede polimérica, do potencial para fazer ligações de pontes de hidrogênio e de interações polares entre as cadeias poliméricas. Afirmou ainda que polímeros altamente reticulados apresentam maior resistência às reações de degradação, devido a dificuldade que o solvente tem de se difundir na rede polimérica do material. Referiu ainda que todos os polímeros são sujeitos a efeitos higroscópicos e hidrolíticos, que podem influenciar as propriedades mecânicas, físicas e a biocompatibilidade do material. Porém, este autor afirmou que não se pode mensurar o quanto isto afeta o desempenho clínico de um material.

Diferentes autores (PHILLIPS, 1993; ALMEIDA, 2001; SALOMÃO, 2001) concordaram com estes estudos e afirmaram que a absorção de água pode alterar os valores de dureza da resina acrílica. A absorção ocorre porque as moléculas de água penetram, por difusão, entre as cadeias poliméricas, afastando-as, o que em parte compensa a contração de polimerização do material. Por outro lado, a absorção de água leva a uma diminuição das propriedades físicas e mecânicas deste material. Estes autores referem também que este fenômeno pode estar associado ao manchamento das resinas acrílicas.

Salomão (2001) mostrou que a resina acrílica ativada por micro-ondas apresentou menor sorção de água ao ser comparada com resinas polimerizadas em banho de água, porém apresentou um valor intermediário de solubilidade quando

comparada aos ciclos de termopolimerização. O autor ainda mostrou que todos os resultados ficaram dentro dos parâmetros estabelecidos pela norma ISO 1567. Neste mesmo estudo, afirmou que o monômero livre presente em um corpo de prova de resina pode afetar o equilíbrio de concentração da água e a expansão do material, principalmente em ciclo curtos de polimerização, em que geralmente há uma maior concentração de monômero livre, acarretando uma elevação nos valores da sorção e da solubilidade do material, o que corrobora os resultados encontrados neste estudo. Ferracane (2006) relatou que apesar de muitas redes poliméricas serem consideradas insolúveis, elas podem absorver água e produtos químicos a partir do ambiente e também liberar componentes para seus arredores. Sendo assim, a sorção e a solubilidade podem interferir em vários processos químicos e físicos, gerando problemas biológicos, além de produzir efeitos deletérios na cadeia polimérica prejudicando o desempenho clínico do polímero.

No presente estudo, o mesmo padrão foi observado nos ensaio de sorção e solubilidade, em que ambos os ciclos de polimerização (G1 e G2) apresentaram valores inferiores aos especificados pela ISO 1567. Os corpos de prova polimerizados pelo G2 apresentaram valores médios de solubilidade ( $0,87\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ) menores do que os valores encontrados nos corpos de prova de G1 ( $1,39\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ), sendo estes valores estatisticamente significativos.

Contrariando o estudo de Ferracane (2006), Urban 2003 salientou que o (poli)metacrilato de metila não é solúvel em água, portanto, a solubilidade apresentada pelo material ocorre devido à dissolução do monômero livre e de moléculas de outros componentes não reagidos durante a polimerização, tais como agentes iniciadores da reação. Este monômero livre age como plastificante, diminuindo as propriedades mecânicas do material, além de ter grande probabilidade de causar reações teciduais quando liberado para a cavidade oral. Sendo assim, quanto maior o valor da solubilidade, pode-se inferir que maior será a quantidade de monômero livre. A constatação de que a resina acrílica apresenta este fenômeno é considerada um fator desfavorável, visto que as próteses estão em íntimo contato com os tecidos orais (URBAN 2003; PAES JUNIOR, 2005). Portanto, mesmo que ambos os ciclos tenham apresentado valores de sorção e solubilidade inferiores aos especificados pelo ISO 1567, o ciclo que apresentou melhores resultados foi o G2, o que é compatível com menor liberação de monômero livre.

A resistência à flexão foi definida como a habilidade de um material resistir às forças que provocam o seu dobramento. Esta resistência é determinada no momento da fratura do material (SOARES *et al.*, 2008). Os valores médios encontrados no presente estudo para a resistência à flexão foram de 80,56 MPa para o ciclo proposto pelo fabricante e de 93,50 MPa para o ciclo longo de polimerização, sendo esta diferença estatisticamente significativa e favorável ao ciclo longo. Porém, para ambos os ciclos, os valores médios encontrados neste ensaio ficaram dentro dos limites estabelecidos pela norma ISO 1567, ou seja, nenhum valor obtido foi inferior a 65 MPa.

Para Paes Junior (2005), a marcante redução nos valores da resistência à flexão de uma resina pode estar ligada à presença de monômeros livres no interior da massa polimerizada. Concordando com isto, alguns autores referem que há uma correlação entre o aumento da resistência à flexão e o aumento do peso molecular, com conseqüente aumento no grau de conversão monômero/polímero. Porém, afirmam que há uma relação inversamente proporcional entre resistência à flexão, percentagem de porosidade e quantidade de monômero livre. Referem também, que existe uma relação direta entre resistência à flexão e módulo de flexão (JEROLIMOV *et al.*, 1985; LAI *et al.*, 2003; PAES JUNIOR, 2005).

Soares *et al.* (2008) avaliaram a influência do reforço de fibra de vidro, misturado em três diferentes tipos de resinas acrílicas. As resinas de termopolimerização apresentaram valores de resistência à flexão superiores aos encontrados nas resinas de autopolimerização e de micro-ondas, independente da utilização ou não do reforço com fibra de vidro. A explicação para este fato encontra-se na distribuição não uniforme destas fibras na massa da resina polimerizada. Na busca de melhorar as propriedades mecânicas, Teixeira (2008) acrescentou a uma resina acrílica de autopolimerização diferentes concentrações de alumina e comparou com compósitos à base de bis-acrilatos. Concluiu que estes compósitos e as resinas acrílicas reforçadas com 5% de alumina apresentaram elevada resistência à flexão. Referiu que este é um método eficiente, pois com a adição de alumina, houve aumento estatisticamente significativo na resistência mecânica do polímero.

No presente estudo, foi avaliada a massa específica, que mostrou um resultado favorável aos corpos de prova do G2, para o qual foi encontrado valores médios de 1,1901 g/cm<sup>3</sup> e para o G1 a média foi de 1,1802 g/cm<sup>3</sup>, sendo estes

valores estatisticamente significativos. Fortes (2007) realizou uma pesquisa que comparava dois ciclos de polimerização com energia de micro-ondas, com duas resinas acrílicas de diferentes marcas comerciais. Um grupo foi polimerizado pelo ciclo proposto pelo fabricante e o outro num ciclo mais curto e com uma potência de irradiação mais elevada (3 minutos com 500 W de potência). O estudo mostrou diferenças estatisticamente significativas entre os ciclos, para ambas as resinas em todas as propriedades analisadas. O ciclo mais longo com potência menor apresentou valores mais elevados quando comparado com o ciclo mais curto, o que corrobora os resultados encontrados na presente pesquisa.

Neste estudo, observou-se que houve um maior grau de polimerização nos corpos de prova do grupo G2 (tempo de irradiação mais longo e potência mais baixa) e que este melhorou todas as propriedades avaliadas. Desta forma, pode-se inferir que o aumento no grau de conversão levou a uma redução na quantidade de monômero livre. Cabe salientar que o monômero de metacrilato de metila é um sensibilizante tecidual e pode determinar reações alérgicas em pacientes usuários de próteses (URBAN, 2003; JORGE, 2005; FORTES, 2007). Urban (2003) descreveu esta reação de acordo com a sua localização: na pele foi denominada dermatite de contato, na mucosa oral, estomatite e se esta estiver associada ao uso de prótese, estomatite protética. Este autor salientou ainda que a presença de monômero livre na massa da resina polimerizada reduz as propriedades físicas e mecânicas do material afetando adversamente seu desempenho clínico.

Em 1992, Austin e Basker realizaram um estudo que avaliou a influência dos ciclos de polimerização na concentração de monômero livre em resinas utilizadas para confecção de base de prótese. Os autores observaram que os corpos de prova obtidos por meio de ciclos curtos de polimerização apresentaram uma concentração de monômero livre até sete vezes maior do que a encontrada em ciclos mais longos, concluindo que ciclos curtos apresentam uma maior probabilidade de causar danos a mucosa oral dos pacientes.

Jorge (2005), Pero (2005) e Morais *et al.* (2007) afirmaram que o formaldeído, subproduto resultante da oxidação do monômero livre, é um dos responsáveis pelo dano causado à mucosa oral dos pacientes. As resinas polimerizadas por micro-ondas apresentaram menor liberação deste composto, por que continham menores concentrações de monômeros livres (JORGE, 2005). Paes Junior (2005) e Pero (2005) ressaltaram que baixas temperaturas de polimerização

em micro-ondas resultaram em resinas com pouco monômero livre, além de apresentarem melhores características físicas e químicas. Moroni *et al.* (2005) não encontraram diferença estatisticamente significativa entre resinas de termopolimerização e aquelas ativadas por micro-ondas, quando avaliaram a quantidade de monômero livre presente nestas resinas. Referem ainda que a resina de termopolimerização apresentou os piores resultados. Teixeira (2008) relatou um estudo em que o aumento na quantidade de monômero livre presente em resinas com reforço de alumina foi causado pela interferência deste reforço na conversão inicial dos monômeros em polímeros, ou ainda porque o reforço apresentou partículas de silano, que podem reduzir o grau de conversão.

O resultado deste trabalho permitiu inferir que houve uma redução na quantidade de monômero livre presente nos corpos de prova do ciclo longo. Assim, pode-se sugerir a utilização do ciclo proposto (G2) na polimerização da resina acrílica incolor Onda Ceryl<sup>®</sup> para conferir melhores propriedades a esta resina.

## 6 CONCLUSÃO

Analisando os resultados obtidos neste estudo, concluiu-se que:

- ambos os ciclos de polimerização apresentaram resultados de resistência à flexão, sorção e solubilidade com valores dentro dos limites especificados na norma 1567 da ISO;
- o ciclo mais longo de polimerização mostrou maior grau de conversão, o que melhorou todas as propriedades do material. Os valores obtidos para o grau de conversão e para todas as propriedades avaliadas apresentaram diferença estatisticamente significativa para o ciclo proposto quando comparado ao ciclo de polimerização recomendado pelo fabricante;

Diante destes resultados pode-se inferir que o ciclo de polimerização proposto apresentou menor concentração de monômero livre.

Com base nos resultados deste estudo, pode-se sugerir a modificação do ciclo de polimerização recomendado pelo fabricante da resina estudada. O ciclo que é realizado em três etapas: 3 minutos com 40% (400 W) da potência de irradiação, 4 minutos sem receber energia de micro-ondas e, finalmente, 3 minutos com o forno ajustado em 80% (800 W) de sua potência pode ser alterado para duas etapas: a primeira de 20 minutos com o forno ajustado em 10% (100 W) de sua potência e a segunda de 5 minutos com potência de irradiação de 40% (400 W).

## 7 REFERÊNCIAS

- AL DOORI, D. *et al.* A comparison of denture base acrylic resins polymerized by microwave irradiation and by conventional water bath curing systems. *Dent. Mater.*, Washington, v. 4, n. 1, p. 25-32, Feb. 1988.
- ALMEIDA, H.C. *Estudo comparativo entre três técnicas de polimerização e duas resinas termicamente ativadas para prótese total removível caracterizando porosidade e dureza.* 2001 137f. Dissertação (Mestrado em Materiais Dentários)- Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2001
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *D 2583-95* : standard test method for indentation hardness of rigid plastics by means of a Barcol impressor. Philadelphia, 1998
- American Society for Testing and Materials; ASTM. 792 – *Density*; 1998; 08.01: 153.
- Anusavice, K.J. (Ed). *Phillips Materiais Dentários.* 10<sup>a</sup> ed.; Guanabara Koogan, Rio de Janeiro, 2000.
- AUSTIN, A.T.; BASKER, R.M. Residual monomer levels in denture bases. The effects of varying short curing cycles. *Br. Dent. J.*, London, v. 153, p. 424-426, Dec. 1982.
- AZZARRI, M. J.; CORTIZO, M. S.; ALESSANDRINI, J. L. Effect of the curing conditions on the properties of an acrylic denture base resin microwave-polymerised. *J Dent.*; v. 31, n. 7, p. 463- 468, 2003
- BARTOLONI, J. A.; MURCHISON, D. F.; WOFFORD, D. T.; SARKAR, N. K. Degree of conversion in denture base materials for varied polymerization techniques. *Journal of Oral Rehabilitation*, Birmingham, v. 27, n. 6, p. 488-493, Jun, 2000.
- BOECKLER, A. F. *et al.* Release of dibenzoyl peroxide from polymethyl methacrylate denture base resins: an in vitro evaluation. *Dent. Mater.* May 2008 In Press. Corrected Proof. Available on line.
- BRASIL. Ministério da Saúde. *Cadernos de Atenção Básica: Saúde bucal.* Brasília; 2006.
- BRASIL. *Ministério da Saúde.* Secretaria de Assistência à Saúde. Departamento de Assistência e Promoção à Saúde. Coordenação de Saúde Bucal. Levantamento Epidemiológico em Saúde Bucal 2002/2003. Brasília, 2004.
- CAMARGO, H.C.J., ZANETTI, R.V., JUNQUEIRA, J.L.C., ARANHA, V.M.S. Análise de resinas acrílicas polimerizadas por energia de microondas em relação ao método convencional. *RGO*, Porto Alegre, v. 53, n.4, p. 307-312, out/Nov/dez 2005.
- CAMPOS, M.T.F.S, MONTEIRO, J.B.R., ORNELAS, A.P.R.C. Fatores que afetam o consumo alimentar e a nutrição do idoso. *Rev. Nutr.*, Campinas, v. 13, n. 3, p. 157-165, set./dez, 2000.
- COSTA-LIMA, M.A; VERAS, R. Saúde Pública e Envelhecimento. *Cad. Saúde Pública.* 2003, 19,700.
- CRAIG, R. G. *Restorative Dental Materials.* 10 ed. St. Luis: Mosby, 1997. 584 p.
- CURY, A.A.D.B., *Estudo in vitro das propriedades físico-químicos de resinas acrílicas dentais termopolimerizáveis, quimicamente ativada e curadas por microondas.* 1992 134f. Tese (Doutorado em Materiais Dentários)-Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 1992.
- DE CLERCK, J. P. Microwave polymerization of acrylic resins used in dental prostheses. *J. Prosth. Dent.*, St. Louis, v. 57, n. 5, p. 650 –658, May. 1987.

DINI, E. L, CASTELHANO, R. A. Doenças periodontais em idosos: prevalência e prevenção para população de 3ª idade. *Rev Bras Odontol*; v.50, n. 2, p. 3-9, 1993.

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.*, Great Britain, v. 23, n. 5, p. 313-318, Oct.1995.

FRARE, S.M.; LIMAS, P.A.; ALLARELLO. F.J.; PEDOT, G.; RÉGIO, R.A.S. Terceira idade: quais os problemas bucais existentes? *Rev Assoc Paul Cir Dent*; v. 51, n. 6, p. 573- 576, 1997.

FERRACANE, J.L., Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dental Materials*, v. 22, p. 211–222, 2006.

FORTES, C.B. *Caracterização e propriedades das resinas acrílicas de uso odontológico – um enfoque voltado para a biossegurança.* 2007 122f. Tese (Doutorado em Ciências dos Materiais)-Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2007.

HEHN, L. *Avaliação da sorção, solubilidade e microdureza de resinas acrílicas após desinfecção com ácido peracético.* 2001 103f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica – Materiais Dentários)-Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001

IBGE. Síntese de indicadores sociais - Uma análise das condições de vida da população brasileira 2009. Disponível em [www.ibge.gov.br](http://www.ibge.gov.br), junho de 2010

International Standartization for Organization ; 1567: *Dentistry – Denture base polymers.* 3rd ed. Switzerland, 1999.

JAGGER, RG. Effect of the curing cycles on some properties of a poly-methylmethacrylate denture base material. *J. Oral Rehabil.*, v.5, n.2, p. 151-157, abril, 1978.

JEROLIMOV, V, HUGGETT, R., BROOKS, S.C., BATES, B.S.D The effect of variations in the polymer/monomer mixing rations on residual monomer levels and flexural properties of denture base materials. *Quintessence Dent.*, Technol, v. 9, n. 7, p. 431-434, 1985.

JORGE, J.H. *Efeito do tratamento térmico em microondas e do tempo de armazenamento e água sobre a citotoxicidade de resinas acrílicas para base e reembasamento de próteses.* 2006 172f. Tese (Doutorado em Reabilitação Oral – Área de Prótese)-Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Araraquara, 2006.

KIMURA, H. *et al.* Applications off microwave for dental technique (Part 1). Dough forming and curing of acrylic resins. *J. Osaka. Univ. Dent. Sch.*, Osaka, v.23, p.43-49, Dez. 1983.

LAI, C.P., TSAI, M.H., CHEN, M., CHANG, H.S., TAY, H.H. Morphology and properties of denture acrylic resins cured by microwave energy and conventional water bath. *Dental Materials*, v. 20, p. 133–141, 2004.

Lee, S.Y.; Lai, Y.L.; Hsu, T. Influence of polymerization conditions on monomer elution and microharness of autopolymerized polymethyl methacrylate resin. *J. Oral Sci.*, Eur., v.110, n. 2, p. 179-189, abril 2002.

MACHADO, C.V. *Grau de conversão, temperatura de transição vítrea, microdureza e resistência ao impacto de uma resina acrílica quimicamente ativada submetida a diferentes condições de polimerização.* 2005 79f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica – Materiais Dentários)-Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2005.

MADEIRA AA, CAETANO M, MINALTI EJ. Odontogeriatrics, uma necessidade curricular. *Rev Bras Odontol*; v. 44, n. 3, p. 6-12, 1997.

MARQUES ACL. *Relação da higiene bucal com a sensibilidade gustativa e nutrição em Idosos*. 2006 88f. Dissertação (Mestrado em Odontogeriatrics)-Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2006.

MESSI, A.C., GOIATO, M.C., RIBEIRO, P.P., SANTOS, D.M., PESQUEIRA, A.A., HADDAD, M.F. Avaliação da microdureza superficial de quatro diferentes resinas acrílicas para base de dentaduras. *Cienc Odontol Brás*, v. 10, n. 4, p. 49- 54, out/dez 2007.

MORAIS, F.A.I., MELLO, B.A., SOUZA, I.A., PONZI, E.A.C., REVOREDO, G. A. Polímeros a base de metil metacrilato. Importância em Odontologia. *International Journal of Dentistry*, Recife, v. 6, n. 2, p. 63-66, abril/jun 2007.

MOREIRA-DA-SILVA, S.M.L., BINDO, M.J.F, LEÃO, M.P. O uso de energia de microondas para polimerização de resinas acrílicas. *Rev Dens*, v.14, n.1, p. 11-21, maio/out 2006.

MORONI, P.A., SIMIÃO, B.R.H., NEISSER, M.P., RODE, S.M. Avaliação do monômero residual de resinas acrílicas para prótese ocular, polimerizadas convencionalmente e por energia de microondas. *Revista Odonto Ciência – Fac. Odonto/PUCRS*, Porto Alegre, v. 20, n. 50, p. 330-334, out/dez 2005.

NEISSER, M.P., OLIVIERI, K.A.N. Avaliação da resistência ao impacto e dureza de resinas acrílicas termicamente ativadas para base de próteses totais. *PGR-Pós-Grad Rev Fac Odontol São José dos Campos*, v.4, n. 2, p. 35-42, maio/ago. 2001

NOGUÉS, R. Factors que afectan la ingesta de nutrientes en el anciano y que condicionan su correcta nutrición. *Nutrición Clínica*, v.15, n. 2, p.39-44, 1995.

PADILHA. D. M. P.; BALDISSEROTTO, J.; SHOOL, L.; BERCHT, S.; PETRY, P. Odontogeriatrics na universidade para não perder tempo. *Rev Fac Odont Porto Alegre*; v. 39, n. 1, p. 14-16, 1998.

PAES JUNIOR, T.J.A. *Estudo das resinas acrílicas para base de próteses totais com relação à resistência flexural e à quantidade de monômero residual superficial*. 2005 122f. Tese (Doutorado em Materiais Dentários)-Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

PERO, A.C. *Avaliação da influência do método de polimerização e da espessura da base de próteses totais na porosidade da resina acrílica*. 2005 88f. Dissertação (Mestrado em Reabilitação Oral - Prótese)-Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista “Júlio Mesquita Filho”, Araraquara, 2005.

PERO, A.C., MARRA, J., PALEARI, A.G., RODRIGUEZ, L.S., JORDÃO, K.C.F., COMPAGNONI, M.A. Determinação dos períodos de secagem e sorção de água em resina acrílica para base protética: aplicabilidade de um método de análise da porosidade. *Revista de Odontologia da UNESP*, São Paulo, v. 38, n. 2, p. 85-91, 2009.

PHILLIPS, R.W. *Materiais Dentários de Skinner*. 9.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan. 1993. 333 p. Cap. 10: Química das resinas sintéticas, p. 91-102 e Cap. 11: Resinas para base de dentadura: considerações técnicas e resinas diversas, p. 103-123.

PUCCA Jr., G. A., 2000. A saúde bucal do idoso? Aspectos demográficos e epidemiológicos. *Medcenter*, 7 abril 2000. Disponível em <http://www.odontologia.com.br/artigos.asp?id=81&idesp=19&ler=5> , em maio de 2010:

REITZ, P.V., SANDERS, J. L., LEVIN, B. The curing of denture acrylic resins by microwave energy. Physical properties. *Quint. Int.*, Berlin, v. 16, n. 8, p. 547-551, Aug. 1985.

ROSA, A. G. F.; FERNANDEZ, R. A. C.; PINTO, V. G. & RAMOS, L. R., *Condições de saúde bucal em pessoas de 60 anos ou mais no Município de São Paulo (Brasil)*. *Revista de Saúde Pública*, v. 26, p. 155-160, 1992.

SALOMÃO, U. E. *Estudo da sorção e solubilidade em água de resinas acrílicas polimerizadas pelas técnicas de microondas, convencional, pressão e calor*. 2001 113 f. Dissertação (Mestrado em Materiais Dentários)-Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2001.

SANTOS, P.H., GOMES, E.A., PAVAN, S., VERGANI, C.E. Energia de microondas: efeito na estabilidade dimensional de resinas acrílicas. *Revista de Odontologia da Universidade Cidade de São Paulo*, São Paulo, v. 19, n. 1, p.84-89, jan/abril 2007.

SKINNER, E. W., COOPER, E. N. Physical properties of denture resins: Part 1. Curing shrinkage and water sorption. *J. Am. Dent. Ass.*, Chicago, v. 30, n. 23, p. 1845-1852, Dec. 1943.

SOARES, R.G., BOTELHO, A.L., CECCHIN, D., CRUVINEL, D.R., CATIRSE, A.B.C.E.B, PAGNANO, V.O. Resistência flexural e rugosidade superficial de resinas acrílicas utilizadas para confecção de placas oclusais. *RFO*, v. 13, n. 3, p. 60-65, set/dez 2008.

SZEWKIES, F.D *Influência da variação do tempo e da temperatura na cura de tintas: tinta pó epóxi e tinta líquida acrílico-epóxi. Análise da dureza e da energia de conversão*. 2003 135f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais e Processos Avançados)-Centro de Ciências Tecnológicas, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinvile, 2003.

TEIXEIRA, R.P. *Influência da adição de alumina nas propriedades de compósitos de matriz polimérica para restaurações provisórias dentais*. 2008 94f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais)-Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2008.

Tucker, T.N. Allergy to acrylic resin denture base. *J. Prosthet. Dent.*, v. 6, p.602, 1981.

URBAN, V.M. *Efeito de diferentes tratamentos térmicos sobre o conteúdo de monômero residual de resinas acrílicas para reembasamento*. 2003 163f. Dissertação (Mestrado em Reabilitação Oral - Prótese)-Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Araraquara, 2003.

Van Noort, Richard. *Introdução aos materiais dentários*. Porto Alegre: Artmed, 2004. 344 p. : il.

WALLACE, P.W. et al. Dimensional accuracy of denture resin cured by microwave energy. *J. Prosth. Dent.*, St Louis, v. 66, n. 3, p.403-409, Set 1991.

YAMAMOTO, E.T.C., UEMURA, E.S., MAEKAWA, M.Y., BAGNI, B.A., ROSA, R.G.S, DESTRO, A.S.S. Avaliação da resistência flexural de resinas acrílicas polimerizadas por dois métodos. *Revista Sul-Brasileira de Odontologia*, Joinvile, v. 6, n. 2, p. 147-154, 2009.