

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA
MATERIAIS DENTÁRIOS**

**GRAU DE CONVERSÃO, TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA,
MICRODUREZA E RESISTÊNCIA AO IMPACTO DE UMA RESINA ACRÍLICA
QUIMICAMENTE ATIVADA SUBMETIDA A DIFERENTES CONDIÇÕES DE
POLIMERIZAÇÃO.**

Cíntia de Vasconcellos Machado

Porto Alegre, setembro de 2005.

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA
MATERIAIS DENTÁRIOS**

**GRAU DE CONVERSÃO, TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA,
MICRODUREZA E RESISTÊNCIA AO IMPACTO DE UMA RESINA ACRÍLICA
QUIMICAMENTE ATIVADA SUBMETIDA A DIFERENTES CONDIÇÕES DE
POLIMERIZAÇÃO.**

Cíntia de Vasconcellos Machado

Dissertação apresentada como parte dos requisitos obrigatórios para obtenção do título de **Mestre em Odontologia** na área de concentração Clínica Odontológica-Materiais Dentários.

Profa. Dra. Susana Maria Werner Samuel

ORIENTADORA

Porto Alegre, setembro de 2005.

DADOS INTERNACIONAIS DE CATALOGAÇÃO NA PUBLICAÇÃO (CIP)

M149g

Machado, Cíntia Vasconcellos

Grau de conversão, Tg, microdureza e resistência ao impacto de uma resina acrílica quimicamente ativada submetida a diferentes condições de polimerização / Cíntia Machado Vasconcellos. – 2005. 78 f. : il.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Faculdade de Odontologia. Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Clínica Odontológica (Materiais Dentários), Porto Alegre, 2005.

“Orientadora: Profa. Dra. Susana Maria Werner Samuel”.

1. Resina acrílica 2. Microondas 3. Calorimetria exploratória diferencial 4. Grau de conversão 5. Temperatura de transição vítrea 6. Resistência ao impacto 7. Microdureza I. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Faculdade de Odontologia II. Título.

CDU 616.314.18

“...Bem lá na frente é que poderemos avaliar do que exatamente foi feita a nossa vida, se de amor ou de rancor, se de alegrias ou tristezas, se de vitórias ou derrotas, se de ilusões ou realidade. Pensem sempre que hoje é só o começo de tudo, que, se houver algo errado, ainda está em tempo de ser mudado e que o resto de nossas vidas, de certa forma, ainda está em nossas mãos.”

Autor desconhecido

Dedico este trabalho aos meus pais, amigos e colegas de profissão, **Sergio** e **Telma**, por terem tornado possível a realização deste sonho, por terem estado ao meu lado em todos os momentos mais importantes da minha vida.

A vocês dedico este trabalho e todo meu amor.

Obrigada!

ADRADECIMENTOS

A **Deus**, acima de tudo, pela beleza da vida!

À minha orientadora, Profa. **Dra. Susana Maria Werner Samuel**, por sua seriedade, competência e dedicação, além da cuidadosa orientação na realização deste trabalho. Agradeço pela confiança depositada em mim no início deste curso. Muito obrigada!

À Profa. **Carmen Borges Fortes**, pela inestimável ajuda para a realização deste trabalho, pela sua paciência e dedicação, por toda sua alegria e exemplo de vida que a senhora é!

À Profa. **Dra. Maria Madalena de Camargo Forte**, pela disponibilização do Laboratório de Materiais Poliméricos da UFRGS (LAPOL) para realização das análises, assim como pela orientação deste trabalho.

Ao meu irmão **Cristiano**, colega de profissão e meu grande amigo. Agradeço pelo teu amor, carinho e apoio, assim como, pelo auxílio na realização das fotografias deste trabalho.

Ao meu irmão **Cássio** e minha querida cunhada **Karine**, pelo amor, carinho e apoio, como também pelos momentos descontraídos e divertidos!

À minha avó **Eva**, a pessoa mais doce que eu já conheci em toda minha vida. Agradeço por todo apoio, carinho e amor incondicional!

À minha avó **Helena**, a avó mais elegante do mundo! Por todo amor, amizade e carinho.

À querida amiga **Jaqueline**, por tudo o que deve ser um amigo. Agradeço por todo carinho, pelas risadas, pelo apoio nos momentos difíceis. Tu és a irmã que a vida me deu!

Ao grande amigo **Antônio Carlos**, pela amizade sincera, por todo apoio, carinho e dedicação. Tu és um exemplo de vida para mim!

Ao **Daniel**, pelo amor, carinho e paciência, mesmo estando longe.

Às colegas de mestrado e amigas **Flavinha, Gisele e Ana Paula**, por toda amizade e carinho, agradeço por ter conhecido pessoas tão especiais como vocês!

Ao colega e amigo **Fabício Ogliari**, por todo carinho, ajuda e paciência, desde o meu ingresso no Laboratório de Materiais Dentários. O teu amor à pesquisa é contagiante!

Aos colegas de Materiais Dentários **Alberth Medina e Cristiane Juchem**, pela amizade e momentos divertidos.

Agradeço à turma de **alunos do Mestrado**, pelas risadas, pelos churrascos, pelos momentos de descontração que passamos juntos. Vou lembrar com muito carinho de vocês!

Ao Laboratório de Prótese Dentária Dell'Art Dental, pela disponibilização dos equipamentos para confecção dos corpos-de-prova deste trabalho. Em especial, aos amigos **Carlos Augusto Maranghello, Jaime Kuhn Bicca e João Emílio da Silva Neto**.

À **Ana Paula Rodrigues Pedroso**, técnica do LAPOL, que pacientemente se dispôs a realizar as análises térmicas.

Ao Laboratório de Materiais Cerâmicos da UFRGS (LACER), pela disponibilização dos equipamentos para realização dos ensaios.

Ao Programa de Pós-Graduação da FO-UFRGS, pelo apoio no desenvolvimento deste trabalho.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação da FO-UFRGS, pelo empenho em oferecer um ensino de qualidade.

A todos os meus amigos e familiares, pelo apoio, carinho e incentivo que me deram!

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de diferentes condições de polimerização sobre: microdureza Knoop, resistência ao impacto, grau de conversão e temperatura de transição vítrea (Tg) de uma resina acrílica quimicamente ativada (Jet - Artigos Odontológicos Clássico Ltda.). O material foi polimerizado de acordo com as seguintes condições: grupo 1, as amostras foram polimerizadas em contato com o ar, durante 1h, sob temperatura e pressão ambiente; grupo 2, após a polimerização da resina em contato com o ar, durante 1h, sob temperatura e pressão ambiente, a mesma foi submetida a um ciclo adicional de aquecimento em forno de microondas, durante 3 min, a 500W; grupo 3, as amostras foram polimerizadas em água, sob pressão de 20 psi, em uma temperatura de 50°C, durante 15 minutos. Para o ensaio de microdureza Knoop, foram confeccionados sete corpos-de-prova, para cada um dos três grupos experimentais. O corpo-de-prova consistiu de uma placa de resina acrílica quimicamente ativada, com grampos, simulando aparelhos ortodônticos removíveis. Dos sete corpos-de-prova, de cada grupo, dois também foram utilizados para a determinação do grau de conversão e Tg, através da Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). Para o ensaio de resistência ao impacto, foram confeccionados 12 corpos-de-prova para cada grupo, com dimensões de 64,00x10,00x3,20mm. Os resultados mostraram diferenças entre os grupos, através da ANOVA e do teste de Tukey ($p \leq 0,01$), apresentando maiores valores de microdureza para o grupo 3, seguido dos grupos 2 e 1. Para o ensaio de resistência ao impacto, os valores obtidos para as amostras do grupo 3 foram superiores aos demais grupos, não havendo diferença estatística entre os grupos 1 e 2. O grau de conversão e Tg foram avaliados de forma descritiva, apresentando um padrão de comportamento coerente com as demais propriedades, ou seja, o grupo 3 apresentou valores mais altos de grau de conversão e Tg, seguido pelos grupos 2 e 1. Os resultados deste trabalho indicam que o melhor comportamento clínico poderá ser esperado do grupo submetido à polimerização em água a 50°C, sob pressão de 20 psi (grupo 3), seguido do grupo

2 (com ciclo adicional em microondas) e, por fim, pelo grupo 1 (polimerizado ao ar).

Palavras-chave: calorimetria exploratória diferencial; grau de conversão; microdureza; microondas; resina acrílica; resistência ao impacto; temperatura de transição vítrea.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the influence of different polymerization methods on the Knoop microhardness, impact strength, degree of polymerization and glass transition temperature (T_g) of an autopolymerized polymethyl methacrylate (PMMA) resin. The resin was polymerized under the following conditions: group 1, the specimens were left to polymerize in air, at ambient pressure and temperature, for 1h; group 2, the specimens were left to polymerize in air, at ambient pressure and temperature, for 1h, followed by microwave irradiation, for 3min, at 500W; group 3, the specimens were immersed in water at 50°C, under pressure of 20 psi, and allowed to polymerize undisturbed for 15 minutes. For the microhardness testing, 7 specimens were produced, for each group, simulating orthodontic removable appliances. The degree of conversion and T_g , determined by the Differential Scanning Calorimetry (DSC), were measured for 2 samples (from the 7 specimens that had been constructed before, for each group). For the Izod impact testing, 12 specimens were fabricated (64,00mmx10,00mmx3,20mm), for each of different ambient condition of polymerization. ANOVA and Tukey's test results showed different values of microhardness and impact strength between the groups ($p \leq 0.01$). The group 3 produced the greatest microhardness values, followed by groups 2 and 1. For impact strength, there were no statistical differences between groups 1 and 2, and the highest values were found for group 3 ($p \leq 0.01$). The results concerning the degree of conversion and T_g , which were only described, showed the same pattern of behavior. The greatest values were observed in group 3, group 2 presented intermediary values, and the lowest ones were verified for the group 1. The results of this investigation suggests an agreement with the current scientific literature. Besides, in order to obtain an improvement on the clinical behavior of an autopolymerized PMMA resin, the polymerization process should be carried out in water, at 50°C, under 20 psi (group 3), followed by group 2 (microwave irradiation) and group 1 (polymerized in air).

Key words: acrylic resin; conversion degree; differential scanning calorimetry; glass transition temperature; impact strength; microhardness; microwave.

SUMÁRIO

1 ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVA	14
1.1 RESINAS ACRÍLICAS	14
1.1.1 Processos de polimerização	15
1.1.2 Polimerização <i>versus</i> propriedades	16
1.2 POLIMERIZAÇÃO POR ENERGIA DE MICROONDAS	19
1.3 DUREZA	21
1.4 RESISTÊNCIA AO IMPACTO	22
1.5 BIOCOMPATIBILIDADE	23
1.6 ENSAIOS PARA CARACTERIZAÇÃO DE POLÍMEROS	25
1.6.1 Termogravimetria (TGA)	25
1.6.2 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	26
1.6.2.1 Grau de conversão	27
1.6.2.2 Temperatura de transição vítrea (Tg)	27
2 PROPOSIÇÃO	30
3 MATERIAIS E MÉTODOS	31
3.1 MATERIAIS	31
3.2 MÉTODOS	31
3.2.1 Obtenção da amostra para o ensaio de microdureza Knoop, grau de conversão e temperatura de transição vítrea (Tg)	32
3.2.1.1 Confeccção das placas de resina acrílica	32
3.2.1.2 Polimerização	33

3.2.2 Obtenção da amostra para o ensaio de resistência ao impacto	35
3.2.3 Ensaio de microdureza Knoop	37
3.2.4 Grau de conversão e temperatura de transição vítrea (Tg)	37
3.2.5 Ensaio de resistência ao impacto (Izod)	41
3.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA	43
4 RESULTADOS	44
4.1 MICRODUREZA KNOOP	44
4.2 RESISTÊNCIA AO IMPACTO	45
4.3 GRAU DE CONVERSÃO	45
4.4 TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA (Tg)	46
5 DISCUSSÃO	48
6 CONCLUSÕES	58
REFERÊNCIAS	59
ANEXOS	64
ANEXO 1 - Termograma de DSC, obtido através do ensaio com a resina acrílica quimicamente ativada, não polimerizada	65
ANEXO 2 - Termogramas de DSC para determinação do grau de conversão	66
ANEXO 3 - Termogramas de DSC para determinação da Tg	72
ANEXO 4 - Termograma de TGA, utilizado para avaliação da estabilidade térmica da resina acrílica quimicamente ativada	78

1 ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVA

1.1 RESINAS ACRÍLICAS

Os vários tipos de resina acrílica à base de polimetacrilato de metila (PMMA) são largamente utilizados em Odontologia, tendo inúmeras aplicações, dentre as quais, a confecção de aparelhos ortodônticos removíveis, base de dentaduras, placas para bruxismo, restaurações provisórias, moldeiras individuais, casquetes, reparos, reembasamentos e moldelagem de núcleos (PEYTON, 1975; LEE; LAI; HSU, 2002).

Para que uma resina sintética seja utilizada em Odontologia, ela deve apresentar alguns requisitos básicos, como, por exemplo, ser insípida, inodora, não-tóxica e não-irritante aos tecidos bucais. Deve ser insolúvel na saliva ou outros fluidos orais. O material deve apresentar adequada estabilidade dimensional e química sob todas as condições de uso, além de possuir propriedades que tornem o seu processamento relativamente fácil (ANUSAVICE, 1998). Ainda, é desejável que o material tenha um custo razoavelmente baixo e seja de simples manipulação, apresentando um bom resultado estético e funcional (PEYTON, 1975).

Diversas são as técnicas para a polimerização de resinas acrílicas: polimerização por banho de água quente, polimerização química, por luz visível e por energia de microondas, que vem ganhando cada vez mais adeptos devido à sua facilidade de manuseio e rapidez (SHIBAYAMA *et al.*, 2002).

De acordo com a *International Organization for Standardization* (ISO), Specification 1567: "Dentistry - denture base polymers", de 1999, as resinas acrílicas são classificadas em cinco tipos: tipo 1 - polímeros termopolimerizáveis; tipo 2 - polímeros autopolimerizáveis; tipo 3 - polímeros termoplásticos; tipo 4 - materiais fotoativados; tipo 5 - materiais polimerizados por energia de microondas.

A maioria das resinas para uso odontológico é apresentada na forma de pó e líquido. O pó consiste em microesferas de PMMA pré-polimerizado, denominado de polímero, e peróxido de benzoíla, que é o iniciador da reação de polimerização.

Ao pó também é adicionada uma pequena quantidade de plastificante, normalmente o ftalato de butila. O líquido, chamado de monômero, contém metacrilato de metila (MMA) não-polimerizado e hidroquinona (0,006%), um inibidor da polimerização, que permite o armazenamento do material. Quando o pó e o líquido são misturados em uma proporção adequada, normalmente 3:1 em volume, ou seja, três partes de pó para uma parte de líquido, uma massa passível de ser trabalhada é produzida, passando por quatro estágios bem definidos: arenoso, fibrilar, plástico e borrachóide (ANUSAVICE, 1998). As resinas acrílicas também podem conter um agente de ligação cruzada, com o objetivo de aumentar a resistência à fratura, a dureza superficial e a rigidez do material, sendo a substância mais comumente utilizada para esse fim o etilenoglicoldimetacrilato ou EGDMA, adicionado ao líquido (LEE; LAI; HSU, 2002).

1.1.1 Processos de polimerização

O polímero é formado por uma ou várias unidades estruturais simples ou recorrentes da estrutura individual do monômero. Estas unidades, os “meros”, são ligadas entre si ao longo da cadeia do polímero por ligações covalentes. Através da ativação química, o iniciador da polimerização, geralmente o peróxido de benzoíla, decompõe-se formando moléculas energizadas e ativadas que são os radicais livres. Cada radical livre reage com uma molécula de monômero disponível, rompendo as ligações insaturadas (duplas), deixando um elétron sem par, transformando o monômero em um novo radical livre, iniciando o crescimento da cadeia polimérica, através de vários centros ativos (DE CLERCK, 1987; ANUSAVICE, 1998; CANEVAROLO Jr., 2002).

A polimerização por adição, como é denominada a polimerização das resinas acrílicas, é uma reação em cadeia, na qual rapidamente se formam moléculas com alta massa molar, sem a formação de subprodutos de reação, pois a estrutura molecular do monômero e do polímero é a mesma. A reação cessa quando o centro reativo é bloqueado por uma série de reações de terminação, ou seja, quando dois radicais livres combinam-se e tornam-se desativados pela troca

de energia ou quando elétrons de uma macromolécula em crescimento são transferidos para uma molécula inativa, cessando o aumento daquela, mas resultando em um novo núcleo para o crescimento (ANUSAVICE, 1998; CANEVAROLO Jr., 2002).

De acordo com a ISO 1567, as resinas acrílicas quimicamente ativadas também são corretamente denominadas de resinas de polimerização a frio, autopolimerizáveis ou resinas de autocura. Elas são ativadas, na maioria das vezes, através de uma amina terciária adicionada ao monômero, sendo esta a diferença fundamental entre as resinas acrílicas quimicamente ativadas e as termoativadas. Quando os componentes do pó e do líquido são misturados, a amina terciária, como a dimetil-para-toluidina, catalisa a divisão do peróxido de benzoíla em dois radicais livres, iniciando a polimerização da resina quimicamente ativada (PEYTON, 1975; TAKAMATA; SETCOS, 1989; CRAIG, 1997; ANUSAVICE, 1998; CANEVAROLO Jr., 2002).

A confecção de aparelhos ortodônticos removíveis tem constituído uma das principais aplicações das resinas acrílicas quimicamente ativadas. Existem várias técnicas de confecção de aparelhos ortodônticos com placa de resina acrílica quimicamente ativada: a) Técnica da mistura antecipada do polímero e do monômero ou técnica de "massa"; b) Técnica da distribuição por etapas do monômero e do polímero ou técnica do "sal e pimenta"; c) Técnica do pincel. Além disso, a polimerização tem sido tradicionalmente realizada ao ar ou sob imersão em água com ou sem pressão hidráulica (NEALON, 1952; ADAMS, 1987; MUCHA, 1997; ARTIGOS ODONTOLÓGICOS CLÁSSICO, 2005).

1.1.2 Polimerização *versus* propriedades

A despeito de propiciar uma técnica prática e rápida, que dispensa a utilização de muflas, as resinas acrílicas quimicamente ativadas apresentam como desvantagem um maior nível de monômero residual após a polimerização, quando comparadas com as resinas acrílicas termoativadas, podendo comprometer tanto a integridade estrutural do material quanto a sua biocompatibilidade com os

tecidos orais (McCABE; BASKER, 1976; LEE; LAI; HSU, 2002).

Durante a polimerização, dá-se o crescimento independente de cada cadeia polimérica, de maneira que acabam se formando cadeias com comprimentos diferentes. Após a polimerização, além do monômero residual, podem estar presentes no material polímeros de baixa massa molar, chamados oligômeros, os quais, da mesma forma que o monômero residual, podem interferir nas propriedades mecânicas do mesmo (CANEVAROLO Jr., 2002).

As resinas acrílicas termoativadas, de acordo com a literatura, apresentam uma quantidade de monômero residual que varia de 0,3 a 2%, enquanto que as resinas acrílicas quimicamente ativadas possuem um percentual de monômero residual de 1 até 5% (STAFFORD *et al.*, 1980; RUYTER; ØYSAED, 1982; FLETCHER *et al.*, 1983; STAFFORD; BROOKS, 1985; SADAMORI, *et al.*, 1994; DOĞAN, A. *et al.*, 1995; VALLITU; MIETTINEN; ALAKUIJALA, 1995; CRAIG, 1997; ANUSAVICE, 1998).

Segundo Lamb, em 1983, os níveis de monômero residual em resinas acrílicas quimicamente ativadas poderiam ser reduzidos por um aumento na proporção pó/líquido, pela polimerização ocorrendo fora do contato com o oxigênio, assim como por uma polimerização inicial em temperaturas mais baixas, seguida de uma estocagem em uma temperatura mais elevada, ocorrendo então uma “pós-polimerização”.

Para aumentar o grau de conversão das resinas acrílicas, e assim melhorar suas propriedades, diferentes técnicas de polimerização têm sido sugeridas. Donovan, Hurst e Campagni, em 1985, verificaram uma maior resistência transversal e uma menor porosidade, quando uma resina acrílica quimicamente ativada era polimerizada sob uma pressão de 20 psi, ao ar ou imersa em água, embora esta técnica não tenha exercido um efeito significativo sobre as propriedades de microdureza e densidade da resina.

De acordo com Doğan *et al.*, em 1995, a quantidade de monômero residual em uma resina acrílica quimicamente ativada é influenciada pela temperatura da água durante a polimerização. Os autores observaram uma diminuição na quantidade de monômero residual quando a temperatura da água foi aumentada

de 20 para 30°C, durante um tempo constante de polimerização (30 min), assim como a resistência à tensão deste material aumentou. Da mesma forma, Vallittu, Ruyter e Buykuilmaz, em 1998, encontraram uma menor quantidade de monômero residual nas amostras de duas resinas acrílicas quimicamente ativadas, quando as mesmas eram polimerizadas em uma temperatura de 60°C, quando comparadas com as amostras polimerizadas a 30°C, ambas submetidas a uma pressão de 300 kPa.

Segundo Ogawa, Tanaka e Koyano, em 2000, houve um aumento significativo da resistência transversal de uma resina acrílica quimicamente ativada, utilizada para a confecção de restaurações provisórias durante o tratamento protético, quando a mesma foi polimerizada em água, a uma temperatura igual ou superior a 40°C, quando comparada com a mesma resina polimerizada ao ar, a uma temperatura de 23°C. Ainda, a polimerização da resina em água, com temperaturas de 60 e 80°C, promoveu uma resistência duas vezes maior do que quando a mesma foi curada ao ar, sob temperatura ambiente (23°C).

No estudo de Lee, Lay e Hsu, em 2002, foram testadas diferentes condições de temperatura (24°C, 50°C ou 100°C), ambientes de polimerização (ar ou água) e também de pressão (ambiente ou 250 kPa), a fim de verificar a influência destas condições na microdureza e na quantidade de monômero residual dos polímeros formados. A resina quimicamente ativada, submetida a condições normais de ambiente de polimerização, utilizada como controle negativo, mostrou os menores valores de microdureza e as maiores quantidades de monômero residual. Em contraponto, a resina acrílica termoativada, utilizada como controle positivo, obteve os maiores valores em ambas as propriedades, entretanto requer maior tempo para a polimerização. Segundo os autores, entre as amostras da resina acrílica quimicamente ativada, as variáveis temperatura (24°C ou 50°C) e ambiente de polimerização (ar ou água) foram as maiores responsáveis por uma diferença na microdureza e nos níveis de monômero residual, enquanto que a variável pressão (ambiente ou 250kPa), sozinha, não teve um impacto significativo nos níveis de monômero residual.

Os níveis de monômero residual de uma resina acrílica quimicamente ativada

foram significativamente menores quando a mesma foi submetida a um ciclo de aquecimento adicional, em banho de água quente, a 60°C de temperatura, durante 30 min, após uma polimerização inicial por 14 min, em temperatura ambiente, sob pressão hidráulica (BAYRAKTAR; DURAN; GUVENER, 2003).

Ogawa e Hasegawa, em 2005, observaram o comportamento de uma resina acrílica quimicamente ativada quando submetida a diferentes técnicas de polimerização: ao ar, em água e pressão ambiente ou em água sob uma pressão de 2,5 kg.cm⁻², sendo que o material foi polimerizado nestas condições em temperaturas de 10°C, 23°C, 30°C, 40°C, 60°C e 80°C. De acordo com os autores, a elevação da temperatura e da pressão durante a polimerização aumentou a resistência transversal da resina. Em relação à dureza, as amostras polimerizadas em contato com o ar foram superiores em temperaturas de até 60°C, quando comparadas com as polimerizadas em água (pressão ambiente ou 2,5 kg.cm⁻²). Na temperatura de 80°C, não houve diferença entre os três grupos para a dureza.

1.2 POLIMERIZAÇÃO POR ENERGIA DE MICROONDAS

Com o objetivo de poupar tempo, prevenir porosidades no material e aumentar o grau de polimerização, além de proporcionar um processo mais limpo, foi introduzida a técnica de polimerização para resina acrílica ativada por energia de microondas (NISHII, 1968; DE CLERCK, 1987). É um método de aquecimento dielétrico, no qual a energia é simultaneamente absorvida pela superfície e pelas partes mais internas do artefato, de uma maneira rápida e uniforme, sendo que a temperatura aumenta rapidamente, pois o calor é transmitido diretamente para a resina (DE CLERCK, 1987).

As microondas são ondas eletromagnéticas produzidas por um gerador denominado magnetron, que possui uma frequência que varia de 300 a 300.000 MHz, correspondendo a comprimentos de onda de 1mm a 30cm. A região de microondas situa-se, no espectro eletromagnético, entre a região de infravermelho e as ondas de rádio (AL DOORI *et al.*, 1988; SANSEVERINO, 2002).

Os fornos de microondas caseiros apresentam, normalmente, uma frequência de 2450 Hz. Isto significa que um campo eletrostático é formado, o qual muda de direção 2450 vezes por segundo, gerando, então, calor pela colisão das moléculas polarizadas (AL DOORI *et al.*, 1988).

Segundo De Clerk, em 1987, as microondas agem somente sobre as moléculas de monômero, as quais vão diminuindo em número, na mesma proporção em que aumenta o grau de polimerização. Portanto, à medida que o tempo passa, a mesma quantidade de energia é absorvida por uma quantidade menor de monômero, fazendo com que a molécula aumente sua atividade, levando a uma polimerização mais completa.

O metal é um material intransponível para as microondas, ou seja, na presença de metal as microondas são refletidas, podendo caracterizar uma limitação para a polimerização de próteses parciais removíveis e aparelhos ortodônticos com grampos. Braun, Del Bel Cury e Cury, em 1998, avaliaram a efetividade da polimerização da resina acrílica que envolve uma sela metálica. Os autores compararam (1) uma resina acrílica termoativada polimerizada em banho de água aquecida (2) com uma resina própria para polimerização com energia de microondas e (3) um terceiro grupo, no qual a resina acrílica termoativada foi polimerizada em forno de microondas. Foram encontrados valores maiores de microdureza (Knoop) no grupo 2, sugerindo que não há uma interferência do metal quando a resina acrílica é polimerizada por microondas. Os valores de dureza não diferiram estatisticamente entre os grupos 1 e 3, nos quais a resina termoativada foi polimerizada pela técnica convencional e por microondas. As menores quantidades de monômero residual foram detectadas nas amostras do grupo 2, sugerindo, novamente, que o metal no interior da resina não interfere na conversão de monômero em polímero quando a resina acrílica é processada por microondas.

Yunus, Harrison e Huggett, em 1994, avaliaram o efeito da irradiação por microondas na quantidade de monômero residual de uma resina acrílica quimicamente ativada utilizada para reparo. Foram comparadas três técnicas de polimerização: (1) ao ar, em temperatura e pressão ambiente, por 20 min; (2) em

água, a 35°C, e pressão de 2,2 Bar, por 20 min; (3) polimerização adicional em forno de microondas, por 5 min, a 50W, após 20 min de polimerização ao ar. Os autores observaram uma menor quantidade de monômero residual nas amostras polimerizadas em microondas nos períodos de 20min e 1h após os procedimentos de polimerização, quando comparadas com as outras técnicas. Após 1 mês de estocagem em água a 37°C, não se observaram mais diferenças nos níveis de monômero residual entre as amostras dos três grupos, mostrando uma tendência à diminuição nos níveis de monômero residual no material com o passar do tempo, independentemente da técnica de polimerização empregada.

Da mesma forma, no estudo realizado por Blagojevic e Murphy, em 1999, a energia de microondas foi utilizada com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas e diminuir a quantidade de monômero residual de uma resina acrílica quimicamente ativada. Os autores compararam a polimerização química por si só com a utilização adicional da irradiação em um forno de microondas, por 3 minutos, a 600W de potência. Este método promoveu uma diminuição dos níveis de monômero residual no material, visto que, após a irradiação em forno de microondas, o mesmo apresentou aproximadamente um quarto do valor inicial de monômero residual.

1.3 DUREZA

De acordo com Anusavice, em 1998, a dureza de um material está embasada na capacidade de o mesmo resistir à penetração por uma ponta sob uma carga específica. Da mesma forma, a dureza tem sido freqüentemente utilizada como um índice da capacidade de um material resistir ao desgaste e à abrasão. Segundo o autor, o grau de conversão interfere na dureza das resinas, e esta, por sua vez, pode interferir em outras propriedades como resistência ao desgaste, flexibilidade, etc. De acordo com Rueggeberg e Craig, em 1988, a microdureza knoop consiste em um método para predizer o grau de conversão de resinas.

O teste de dureza é baseado na penetração de um tipo específico de

endentador quando forçado contra a superfície do material, sob condições específicas. A resistência à endentação é inversamente proporcional à penetração, e esta depende do módulo de elasticidade e viscosidade do material (CRAIG, 1997).

Jagger, em 1978, observou que as propriedades físicas e mecânicas das resinas acrílicas, como a microdureza, por exemplo, podem ser influenciadas pela quantidade de monômero residual no material.

Braun, Del Bel Cury e Cury, em 1998, encontraram resultados coerentes entre a microdureza Knoop e os níveis de monômero residual, ao comparar resinas acrílicas curadas por diferentes métodos, nos quais a resina para polimerização em microondas apresentou os menores valores de monômero residual e os maiores valores de dureza Knoop. Da mesma forma, Lee, Lay e Hsu, em 2002, verificaram uma redução de 80% na quantidade de monômero residual e um aumento de até 50% nos valores de microdureza Vickers, quando avaliaram a influência de diferentes condições de polimerização (pressão e temperatura) sobre uma resina acrílica quimicamente ativada.

1.4 RESISTÊNCIA AO IMPACTO

Uma propriedade mecânica bastante importante de um material, e de grande validade na clínica, é a sua resistência ao impacto, especialmente considerando o necessário manuseio das dentaduras, pois, entre outros fatores, a resistência à fratura de um aparato de resina acrílica depende desta propriedade (ROBINSON; McCABE, 1993). Segundo Anusavice, em 1998, a resistência ao impacto pode ser definida como a energia necessária para fraturar um material sob uma força de impacto. A habilidade de um material polimérico em suportar choques acidentais pode decidir sobre o sucesso ou fracasso do seu uso em uma determinada aplicação (CURY; RODRIGUES Jr.; PANZERI, 1994; CANEVAROLO Jr., 2004).

Os ensaios mecânicos sob impacto podem ser realizados através de máquinas utilizando martelos acoplados a pêndulos ou em queda livre. Nos testes de impacto Izod ou Charpy, o corpo-de-prova tem sua resistência ao impacto

medida através da energia absorvida por ele durante o processo de ruptura, quando o mesmo é submetido ao impacto de um pêndulo. As diferenças entre os métodos Izod e Charpy consistem nas dimensões do corpo-de-prova, base de fixação e tipo de pêndulo (CANEVAROLO Jr., 2004). Os ensaios de impacto são padronizados por normas distintas, como a *American Society for Testing and Materials* (ASTM) *Designation D 256*: “Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics, de 1998”, uma das normas que pode ser utilizada para a regulamentação do ensaio de impacto Izod.

Em um estudo para a caracterização de diferentes tipos de resinas acrílicas, Cury, Rodrigues Jr. e Panzeri, em 1994, encontraram os menores valores de resistência ao impacto para as resinas acrílicas quimicamente ativadas, quando comparadas com as termoativadas e as resinas para polimerização em forno de microondas.

Blagojevic e Murphy, em 1999, constataram um aumento da resistência ao impacto de uma resina acrílica quimicamente ativada, quando a mesma era submetida a um ciclo de aquecimento adicional, em forno de microondas, por 3 min, a 600W.

1.5 BIOCAMPATIBILIDADE

Além de alterações das propriedades físicas e mecânicas da resina acrílica, como dureza, resistência transversal, porosidade, entre outras, a presença de monômero residual nas placas-bases de aparatos de resina acrílica pode causar reações alérgicas, devido à liberação do mesmo na saliva do paciente (KIMPARA; MUENCH, 1996; BRAUN; DEL BEL CURY; CURY, 1998).

Fisher, em 1956, identificou o monômero de metacrilato de metila como sendo um sensibilizador da dermatite de contato alérgica em alguns pacientes, tanto na pele como na mucosa oral. Segundo o autor, quando a resina é completamente polimerizada, ou seja, quando não existem mais monômeros residuais, ela deixa de ser um agente sensibilizador. Segundo o autor, as resinas quimicamente ativadas têm quantidades de monômero residual suficientes para

causar uma reação alérgica em pacientes já sensibilizados pelo mesmo.

Também, segundo McCabe e Basker, em 1976, o monômero residual presente na resina acrílica após a polimerização é um possível agente irritante aos tecidos bucais. Baker, Brooks e Walker, em 1988, analisaram a quantidade de monômero residual liberada na saliva de indivíduos que usaram aparelhos ortodônticos removíveis, confeccionados com uma resina acrílica quimicamente ativada. Verificaram que a maior parte do monômero residual foi liberado na saliva, nas primeiras 24 horas após o uso do aparelho.

Estudos *in vitro*, utilizando cultura de células, têm sido realizados com o objetivo de avaliar a citotoxicidade de vários materiais dentários. Hensten-Pettersen e Wictorin, em 1981, avaliaram a citotoxicidade de resinas acrílicas termopolimerizáveis e quimicamente ativadas sobre células epiteliais humanas. Os autores observaram efeitos citotóxicos leves sobre as células, para ambos os tipos de resinas acrílicas, sendo que nenhuma zona de inibição celular foi encontrada em nenhuma cultura. Ainda, foi constatada uma morfologia normal das células cultivadas ao redor dos espécimes de resina acrílica. Sheridan *et al.*, em 1997, avaliaram a citotoxicidade de três tipos de resinas acrílicas: termoativadas, quimicamente ativadas e polimerizadas por energia de microondas, sobre uma cultura de células composta por fibroblastos humanos. Os autores observaram que, após um período de 24 horas, a resina acrílica quimicamente ativada produziu um decréscimo significativo no número de células viáveis, quando comparada com os outros dois tipos de resinas acrílicas. Ainda, o maior efeito citotóxico foi observado após o período de 24 horas, enquanto que um efeito mais brando, embora ainda considerado tóxico para este grupo de células, foi observado após 96 horas.

Já no estudo realizado por Vallittu e Ekstrand, em 1999, não foram encontradas evidências de que duas resinas acrílicas, uma quimicamente ativada e a outra termoativada, ambas reforçadas com fibras de vidro ou sílica, teriam efeitos citotóxicos sobre fibroblastos de ratos.

De acordo com Ruyter, em 1980, além do monômero de metacrilato de metila, o formaldeído liberado de próteses confeccionadas com resina acrílica

poderia ser um agente sensibilizador de reações alérgicas. Segundo o autor, este composto seria formado como um produto de oxidação do monômero residual ou pela decomposição de um copolímero de metacrilato de metila-oxigênio. As quantidades de formaldeído liberadas variam de acordo com a quantidade de monômero residual após a polimerização e também com o grau de conversão das resinas acrílicas, sendo que foram verificadas maiores quantidades deste composto em resinas acrílicas quimicamente ativadas do que em termoativadas.

A citotoxicidade do formaldeído foi testada em cultura de células, na qual reduziu a população das mesmas de 20 a 70% em dois ou três dias, dependendo da concentração testada. Maiores quantidades tanto de formaldeído quanto de metacrilato de metila foram liberadas no primeiro dia após a imersão dos corpos-de-prova em saliva humana ou artificial, sendo que a quantidade liberada de ambas as substâncias foi de uma a duas vezes maior nas amostras de resina quimicamente ativada do que nas termoativadas ou polimerizadas por microondas (TSUCHIYA, 1994).

1.6 ENSAIOS PARA CARACTERIZAÇÃO DE POLÍMEROS

1.6.1 Termogravimetria (TGA)

A termogravimetria (TGA) é uma técnica de análise térmica na qual a variação da massa da amostra (perda ou ganho) é determinada em função da temperatura e/ou tempo, enquanto a amostra é submetida a uma programação controlada de temperatura (CANEVAROLO Jr., 2004).

Os polímeros, quando submetidos a um tratamento térmico, podem apresentar mudanças estruturais caracterizadas por rupturas de ligações químicas. Essas modificações são evidenciadas pela diminuição na massa molar com evolução de produtos voláteis, ou seja, ao sofrer degradação, o material perde massa, sob forma de produtos voláteis, e o sensor vai registrando essa perda de massa, a qual é ilustrada por uma curva, denominada termograma. O resultado dessa análise, em geral, é mostrado sob a forma de um gráfico, cuja

abscissa contém os registros de temperatura (ou do tempo) e a ordenada, o percentual de massa perdido ou ganho (LUCAS; SOARES; MONTEIRO, 2001).

Chen e Kusy, em 1997, utilizaram a termogravimetria, entre outras técnicas de análise térmica também empregadas, com o objetivo de determinar a cinética de polimerização e a quantidade de monômero residual de formulações binárias, obtidas a partir do metacrilato de metila e do ácido metacrílico, assim como de compostos ternários, formados pelos dois componentes anteriormente citados e pelo polimetacrilato de metila. Com o mesmo objetivo dos autores anteriormente referidos, Klein Júnior, em 2002, utilizou a análise termogravimétrica para avaliar o grau de conversão, porém, para dois sistemas adesivos dentinários.

1.6.2 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Dentre os métodos disponíveis para a caracterização de polímeros, pode-se destacar a análise térmica e, dentro desta, a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).

Na técnica de DSC de fluxo de calor, é medida a diferença de temperatura entre o material em estudo e uma amostra inerte, utilizada como referência ou padrão, quando submetidas a uma programação controlada de temperatura (LUCAS; SOARES; MONTEIRO, 2001; CANEVAROLO Jr., 2004).

A caracterização dos materiais através da técnica de DSC é avaliada através de curvas geradas pelo equipamento. As variações podem ser observadas tendo como referência uma linha base, obtida a partir da realização de um ensaio sem a presença do material em estudo no equipamento. As variações observadas em relação à linha base representam os eventos térmicos que ocorrem no material, quando este é submetido a um fluxo de calor. Estes eventos térmicos podem ser transições de primeira ou segunda ordem. As transições de primeira ordem apresentam variação de entalpia, dando origem à formação de picos nestes gráficos. A entalpia pode ser endotérmica ou exotérmica, conforme o material absorva ou libere calor, respectivamente. A cristalinização, as reações de polimerização, a cura e a oxidação são exemplos de eventos exotérmicos que

podem ser observados em polímeros (CANEVAROLO Jr., 2004).

1.6.2.1 Grau de conversão

Antonucci e Toth, em 1983, avaliaram a viabilidade de utilizar a técnica de DSC para determinar a extensão ou o grau de conversão de vários sistemas monoméricos experimentais de compósitos odontológicos. Os autores monitoraram a entalpia, ou calor da reação, liberada durante a polimerização dos diversos monômeros avaliados, chegando à conclusão de que o DSC é um método fácil e rápido para a determinação do grau de conversão, quando comparado com outras técnicas, como a espectroscopia por infravermelho.

Da mesma forma, Miyazaki e Horibe, em 1988, utilizaram a técnica de DSC para avaliar as características de polimerização, como a extensão de polimerização, de vários dimetacrilatos usados em materiais odontológicos restauradores, com o objetivo de desenvolver resinas compostas dentais com melhores propriedades físicas e mecânicas.

De acordo com Azzarri, Cortizo e Alessandrini (2003), o grau de conversão de uma resina acrílica é uma característica extremamente importante, visto que uma grande quantidade de monômero residual pode estar presente no material, quando o grau de conversão é mais baixo.

1.6.2.2 Temperatura de transição vítrea (Tg)

Além de medir a variação de entalpia do material, a técnica de DSC também é capaz de determinar as temperaturas de transição dos polímeros, como a temperatura de transição vítrea, sendo esta uma transição de segunda ordem, caracterizando-se pela variação da capacidade calorífica do material (LUCAS; SOARES; MONTEIRO, 2001; CANEVAROLO Jr., 2004).

A Tg é um importante evento térmico que pode ser utilizado para a caracterização de plásticos e outros materiais amorfos ou semicristalinos, permitindo prever o comportamento de um material em uma determinada

temperatura. Quando um polímero é aquecido até a sua temperatura de transição vítrea, podem ocorrer diversas alterações nas suas propriedades (McCABE e WILSON, 1980). Nesta temperatura, existe uma maior mobilidade dos segmentos na cadeia polimérica, e o material passa do estado vítreo para um estado “maleável”, sem ocorrência de uma mudança estrutural. Abaixo desta temperatura (T_g), o polímero não tem energia suficiente para permitir o deslocamento de uma cadeia em relação à outra por mudanças conformacionais. Ele está no estado vítreo, apresentando-se duro, rígido e quebradiço (CANEVAROLO Jr., 2002).

A temperatura de transição vítrea é aquela na qual se inicia o movimento dos segmentos da cadeia polimérica, na qual o material passa do estado vítreo (congelado) para o estado de “borracha” (mais flexível), podendo ser observada, na curva de DSC, como uma descontinuidade na linha base. Quando apenas uma temperatura é citada como T_g , geralmente se refere ao ponto presente na inflexão da curva (ponto onde a descontinuidade é máxima) (LUCAS; SOARES; MONTEIRO, 2001; CANEVALOROLO Jr., 2004).

A Figura 1 representa uma curva de DSC, onde “a” e “c” correspondem à faixa de temperatura que caracteriza a transição vítrea de uma amostra (temperaturas inicial e final da transição) e “b”, ao ponto de inflexão da curva .

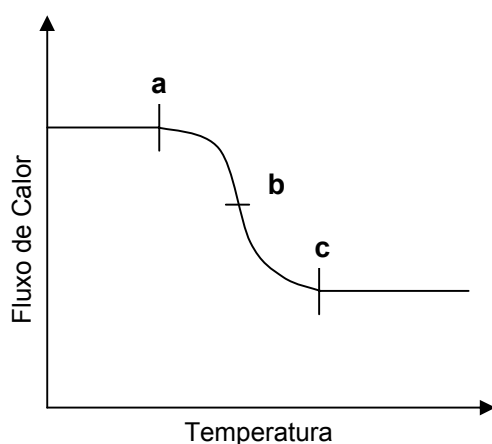


Figura 1. Exemplo de determinação de T_g na curva de DSC.
Extraído de CANEVAROLO Jr., 2004.

De acordo com McCabe e Wilson, em 1980, a presença de monômero residual na resina acrílica age como um plastificador, podendo resultar em uma diminuição da temperatura de transição vítrea da mesma. Segundo Craig, em 1997, um valor mais baixo de Tg pode resultar de um menor grau de conversão de ligações duplas, ou seja, menor grau de conversão de monômeros em polímeros, ou ainda, de uma saturação do material por água.

No já citado estudo realizado por Blagojevic e Murphy, em 1999, os valores de Tg de uma resina acrílica quimicamente ativada foram aumentados após um ciclo de aquecimento adicional em forno de microondas, por 3 min, a 600 W.

Sendo assim, considerando a larga utilização, versatilidade e praticidade das resinas acrílicas quimicamente ativadas, e ainda os efeitos deletérios do monômero residual resultante de sua polimerização incompleta e a propalada potencialidade da energia de microondas para reduzi-lo, fez-se necessário avaliar sua real influência, como polimerização adicional, sobre a microdureza, resistência ao impacto, grau de conversão e Tg de uma resina acrílica quimicamente ativada, para que seja possível um posicionamento, baseado em evidências científicas, sobre a hipótese de mais uma aplicação do forno de microondas em Odontologia, quando comparada com a técnica convencional de polimerização ao ar ou sob pressão e temperatura.

2 PROPOSIÇÃO

A proposta deste trabalho foi avaliar a influência de diferentes condições de polimerização sobre a microdureza Knoop, resistência ao impacto, grau de conversão e temperatura de transição vítrea (T_g) de uma resina acrílica quimicamente ativada.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Trata-se de uma estudo experimental, *in vitro*, realizado no Laboratório de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia, nos Laboratórios de Materiais Cerâmicos (LACER) e de Materiais Poliméricos (LAPOL), ambos da Escola de Engenharia, e na Central Analítica do Campus do Vale, todos da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

3.1 MATERIAIS

Para a confecção dos corpos-de-prova, foi utilizada a resina acrílica quimicamente ativada Jet¹, incolor, classificada como tipo 2, segundo a especificação n° 1567, da ISO. Comercialmente, o material apresenta-se na forma de um conjunto de 440g de pó e 250ml de líquido, sendo a proporção de pó e líquido, recomendada pelo fabricante, de 3:1 em volume, ou seja, três partes de pó para uma de líquido, correspondendo a 2:1 em peso.

3.2 MÉTODOS

Os ensaios utilizados foram: avaliação da microdureza Knoop, resistência ao impacto (Izod), grau de conversão e Tg de uma resina acrílica quimicamente ativada, submetida a diferentes condições de polimerização.

Para atender às condições de cada ensaio, as amostras consistiram de barras retangulares de resina acrílica quimicamente ativada, ou de fragmentos extraídos de placas constituídas do mesmo material, com grampos, simulando aparelhos ortodônticos removíveis. A variável deste estudo foi o tipo de polimerização empregada: grupo 1 - ao ar; grupo 2 - uso de ciclo adicional em microondas; grupo 3 - sob pressão e temperatura controladas, constituindo os três grupos de estudo, sendo estes descritos posteriormente.

¹ Jet® - Artigos odontológicos Clássico Ltda., São Paulo, SP.

3.2.1 Obtenção da amostra para o ensaio de microdureza Knoop, grau de conversão e temperatura de transição vítrea (T_g)

Inicialmente foram tomadas impressões de um modelo-mestre de uma arcada dentada superior, com alginato², utilizado de acordo com as recomendações do fabricante. Após a geleificação do alginato, foi vazado gesso pedra tipo III³, de acordo com o fabricante, para a obtenção dos modelos de trabalho para cada um dos três grupos.

Foram confeccionados dois grampos de Adams para os primeiros molares e dois grampos de Jackson para os caninos, como descrito por Mucha (1997), com fio ortodôntico 0,7mm⁴, para cada um dos modelos de gesso. Os grampos foram fixados por vestibular do modelo, utilizando-se cera rosa n°7⁵. Após, foi aplicada uma camada uniforme de isolante para resina acrílica⁶, sobre o modelo de gesso.

3.2.1.1 Confeccção das placas de resina acrílica

As placas foram confeccionadas a partir da técnica da mistura antecipada do polímero e do monômero, também conhecida como técnica de “massa”. Em um pote de vidro apropriado para resina acrílica, o pó e o líquido foram misturados nas proporções recomendadas pelo fabricante, correspondendo a 3g de pó e 1,5g de líquido, em peso, utilizando-se, para este fim, uma balança⁷ com resolução de 0,1g. Todo o conteúdo de resina acrílica misturada foi utilizado, para padronizar o volume do material a ser polimerizado.

Com o auxílio de uma espátula para cera n°7⁸, a resina foi levada, ainda fluida, em pequenas quantidades, ao modelo de gesso, distribuindo-a sob os

² Jeltrate, Dentsply, Petrópolis, RJ.

³ Empresa Industrial Gesso Mossoró S/A, Rio de Janeiro, RJ.

⁴ Morelli, Sorocaba, SP.

⁵ Artigos Odontológicos Clássico Ltda., São Paulo-SP.

⁶ Celac - SSWhite, Rio de Janeiro, RJ.

⁷ P1200, Mettler-Toledo, Greifensee, Switzerland.

⁸ Duflex, SSWhite, Rio de Janeiro, RJ.

grampos e em toda área do modelo, previamente delimitada com lápis grafite como área chapeável, até que se obtivesse uma camada razoavelmente uniforme, consumindo todo material misturado.

3.2.1.2 Polimerização

Após o procedimento de confecção das placas, que simulavam aparelhos ortodônticos sobre os modelos de gesso, a polimerização da resina acrílica deu-se conforme uma das três condições descritas a seguir:

a) Polimerização ao ar (grupo 1): a resina acrílica foi deixada polimerizar em contato com o ar, durante 1h, sob temperatura e pressão ambiente.

b) Polimerização em forno de microondas (grupo 2): foi aguardada a polimerização da resina acrílica em contato com o ar (1h), sob temperatura e pressão ambiente. Em seguida, foi utilizada uma silicona de adição⁹ como proteção para os grampos da placa de resina acrílica, para evitar a reflexão das microondas pela superfície metálica dos mesmos (DE CLERCK, 1987). As placas adaptadas aos modelos foram imersas em 250ml de água e submetidas a um ciclo de 3 minutos, com 500W de potência, no forno de microondas¹⁰.

c) Polimerização sob pressão e temperatura controladas (grupo 3): imediatamente após a adaptação da resina sobre o modelo, o conjunto foi imerso em água, a uma temperatura de 50°C, em uma panela para polimerização de resina acrílica¹¹, sob pressão hidráulica de 20 psi (libras por polegada quadrada), por 15 minutos. Após, o modelo com a placa de resina foi removido da panela e deixado resfriar, ao ar, por 45 minutos.

Foram confeccionadas 21 placas de resina acrílica, sendo sete para cada um dos três grupos.

⁹ Adsil, Vigodent S/A Indústria e Comércio, Rio de Janeiro, RJ.

¹⁰ LG Eletrônicos da Amazônia Ltda., Manaus, AM.

¹¹ Ivomat IP3, Ivoclar Vivadent Ltda., Schaan, Liechtenstein.



Figura 2. Placa de resina acrílica quimicamente ativada com grampos, após a polimerização.

Após a polimerização da resina dos três grupos, as placas foram removidas do modelo de gesso (Figura 2), de modo que cada placa deu origem a um corpo-de-prova, que foi removido da porção mais plana da placa, correspondendo à região palatina posterior. A remoção foi realizada utilizando-se uma caneta de alta rotação¹², sob refrigeração, evitando o aquecimento do material, com uma broca carbide de alta rotação n° FG 702¹³.

O fragmento de superfície quadrada, medindo aproximadamente 225mm², foi então fixado a uma base de resina acrílica rosa¹, utilizando-se o adesivo instantâneo Super Bonder¹⁴ e levado à politriz¹⁵ para a realização do processo de acabamento e polimento. Este foi feito com lixas d'água¹⁶ com granulações crescentes (n° 400, n° 600 e n° 1000), durante 1 minuto com cada lixa. O polimento da resina acrílica foi realizado com pedra pomes¹⁷ e Branco de Espanha¹⁷. Após os procedimentos de acabamento e polimento (Figura 3), cada corpo-de-prova foi levado para a análise da microdureza, grau de conversão e Tg, entre 1h e 1h30min após a polimerização do material.

¹² Kavo do Brasil Indústria e Comércio Ltda., Joinville, SC.

¹³ Microdont, São Paulo, SP.

¹⁴ Loctite Brasil Ltda., São Paulo, SP.

¹⁵ Bueller, Illinois, USA.

¹⁶ 3M do Brasil, Sumaré, SP.

¹⁷ Herjos, Vigodent, Rio de Janeiro, RJ.



Figura 3. Corpo de prova de resina acrílica fixado à base de resina acrílica rosa.

3.2.2 Obtenção da amostra para o ensaio de resistência ao impacto

Para a realização deste ensaio, foram confeccionados corpos-de-prova retangulares, de acordo com a ASTM D256, sem entalhe.

Com o intuito de padronizar a confecção dos corpos-de-prova, foram utilizados padrões de silicone⁹, em forma de barras de secção retangular, com dimensões de 64,00mm de comprimento, 10,00mm de largura e 3,20mm de espessura. Uma quantidade de 100g de gesso pedra tipo III³, manipulado conforme as instruções do fabricante, foi vazada sobre uma laje de vidro, com barreiras laterais de cera utilidade⁵, com o objetivo de construir uma base em gesso, de 1cm de espessura, para a confecção dos corpos-de-prova de resina acrílica. Antes da cristalização do gesso, os padrões de silicone foram acomodados no material, de forma que sua maior área (64,00mmx10,00mm) ficasse exposta e no nível da superfície do gesso. Após a cristalização do gesso, o padrão de silicone foi removido, uma vez que serviu apenas para delimitar o espaço padronizado na matriz de gesso, para confecção dos corpos-de-prova.

Em seguida, a resina acrílica Jet^{®1}, utilizada neste estudo, foi proporcionada e manipulada de acordo com as instruções do fabricante, utilizando-se, para isso, 2,5g de pó e 1,25g de líquido, cuja massa foi obtida com auxílio de uma balança⁷,

com resolução de 0,1g. A resina acrílica foi levada, ainda fluida, aos espaços deixados no gesso. Em seguida, foi utilizada uma folha de papel celofane e uma laje de vidro sobre a resina com o objetivo de regularizar e planificar a superfície. O papel celofane e a laje foram removidos antes da polimerização da resina.

A cura da resina acrílica procedeu-se conforme uma das três condições descritas anteriormente: a) polimerização ao ar (grupo 1); b) polimerização ao ar, seguida de ciclo adicional em forno de microondas (grupo 2); c) polimerização sob pressão e temperatura controladas (grupo 3).

Completada a polimerização das 12 barras de resina acrílica, para cada grupo, as mesmas foram removidas do gesso e submetidas à eliminação dos excessos grosseiros com o auxílio de uma fresa¹³, em baixa rotação¹², sendo posteriormente utilizadas lixas d'água¹⁶ n° 200 e 600 para os procedimentos de acabamento e polimento (Figura 4).

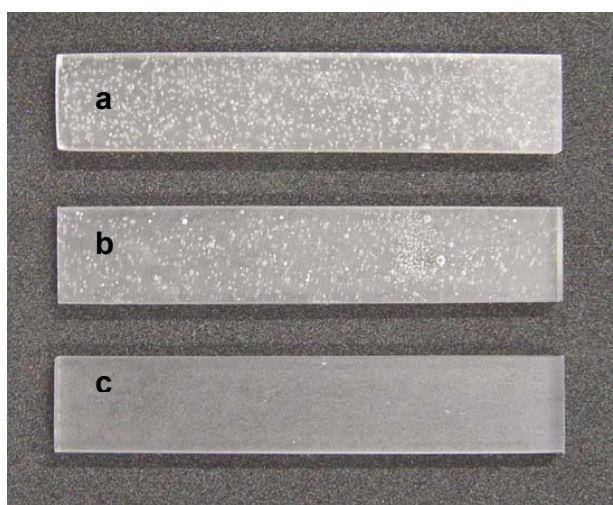


Figura 4. Corpos-de-prova de resina acrílica confeccionados para o ensaio de resistência ao impacto: a) grupo 1; b) grupo 2; c) grupo 3.

3.2.3 Ensaio de microdureza Knoop

Para a realização do ensaio de microdureza Knoop foi utilizado o microdurômetro “Bueler Micromet 2001”¹⁵. Para o cálculo da amostra foi utilizado o teste n-Query, com um poder de 80% e significância de 5%, que determinou o número de sete corpos-de-prova de cada um dos três grupos experimentais, totalizando 21 corpos-de-prova.

Os valores de microdureza foram obtidos através de cinco medidas de dureza realizadas na superfície de cada um dos corpos-de-prova, obtidos da porção posterior da placa de resina acrílica, correspondente à região palatina. A carga aplicada foi de 25g, durante 15 segundos.

A primeira penetração foi realizada no centro da amostra, e as demais, no seu entorno, distantes 5mm da primeira. O número de microdureza Knoop foi obtido através da medida da diagonal maior (d) de uma penetração losangular, deixada pelo penetrador de diamante de formato piramidal. O valor da diagonal, medido em μm , a partir de uma escala na ocular do microscópio, bem como a carga aplicada (c) e uma constante (14.228), permitiram realizar o cálculo da microdureza Knoop, de acordo com a equação 1.

$$\text{KHN} = \frac{14228 \times c}{d^2} \quad (1)$$

3.2.4 Grau de conversão e temperatura de transição vítrea (Tg)

Previamente ao ensaio de DSC, foi realizada uma termogravimetria do material (TGA), para avaliar a estabilidade térmica do mesmo. Verificou-se, através deste ensaio, a faixa de temperatura na qual a resina acrílica quimicamente ativada é decomposta e são liberados os produtos voláteis. Deste modo, foi determinada a faixa de temperatura a ser utilizada no ensaio de DSC.

O grau de conversão e a temperatura de transição vítrea (Tg) do material foram determinados a partir da calorimetria exploratória diferencial (DSC) de fluxo

de calor.

Para esta análise utilizou-se um Calorímetro¹⁸, o qual mede a diferença de temperatura entre a amostra e um sistema de referência, enquanto ambos são submetidos a uma programação rigorosamente controlada de temperatura (LUCAS; SOARES; MONTEIRO, 2001). No DSC de fluxo de calor, amostra e referência são colocadas em cápsulas idênticas, posicionadas sobre um disco termoelétrico e aquecidas por uma única fonte de calor. O calor, então, é transferido para as cápsulas da amostra e da referência através do disco, sendo o fluxo de calor diferencial entre as cápsulas controlado por meio de termopares conectados ao disco (BERNAL *et al.*, 2002).

Antes da realização do experimento por DSC, determinou-se a linha base das curvas geradas pelo equipamento, a partir de um ensaio com duas cápsulas vazias. As modificações geradas nas curvas de DSC são, basicamente, os eventos térmicos ocorridos no material (CANEVALOROLO Jr., 2004).

Para este ensaio, foram utilizados fragmentos de resina acrílica, de duas placas, para cada um dos três grupos experimentais. De cada uma das placas foram retiradas lascas de até 5mg de resina acrílica, com o auxílio de um estilete. Os fragmentos obtidos foram inseridos em uma cápsula de alumínio, sendo esta submetida a um fluxo de calor em uma atmosfera de gás nitrogênio. Uma cápsula de alumínio idêntica, porém vazia, foi utilizada como referência. A amostra foi submetida a uma taxa de aquecimento de 10°C/min, numa faixa de temperatura de -50°C a 250°C. O equipamento de DSC possui um microcomputador acoplado, o qual controla a operação, a aquisição, a análise dos dados e o registro da curva termoanalítica. Para análise dos dados gerados pelo gráfico, foi utilizado o *software* Universal V2.6D, próprio do aparelho¹⁸.

O grau de conversão da reação do material submetido a diferentes condições de polimerização foi avaliado a partir da entalpia da reação de cura do mesmo, ou seja, da energia necessária para converter o monômero e/ou oligômeros em polímero.

¹⁸ TA Instruments, New Castle, US.

Em um primeiro momento, foi realizado o DSC da amostra da resina acrílica, ainda fluida, não polimerizada, para determinação da energia envolvida na conversão total do monômero em polímero, em joules por grama (J/g). O valor observado, de 81,04 J/g, foi considerado como um valor de referência, correspondendo à energia necessária para a conversão total do monômero, ou seja, de 100%. A partir daí, o mesmo procedimento foi realizado para as amostras já polimerizadas dos três grupos, determinando-se o grau de conversão a partir de uma regra de três, de acordo com a equação 2.

$$NP (\%) = \frac{e \times 100}{81,04} \quad (2)$$

Na qual:

81,04 é a energia para a conversão de 100% do material (J/g)

e é a energia consumida para a conversão do monômero residual e/ou oligômeros (J/g)

NP é a porcentagem do material não convertido, após a amostra ter sido polimerizada (%)

A determinação do grau de conversão, ou seja, o percentual de material polimerizado presente na amostra (P%), após ter sido submetida ao ensaio, foi realizada de acordo com a equação 3.

$$P (\%) = 100 - NP(\%) \quad (3)$$

Na qual:

NP (%) é a porcentagem do material não convertido, após a amostra ter sido submetida às diferentes condições de polimerização

P (%) é a porcentagem de material polimerizado correspondente ao grau de conversão do material

No termograma de DSC, o pico exotérmico utilizado para a determinação da energia consumida para conversão do monômero residual e/ou oligômeros e, conseqüentemente, do grau de conversão das amostras dos diferentes grupos, situa-se na faixa de temperatura de aproximadamente 65°C a 100°C, estando representado, esquematicamente, pela área hachurada na Figura 5.

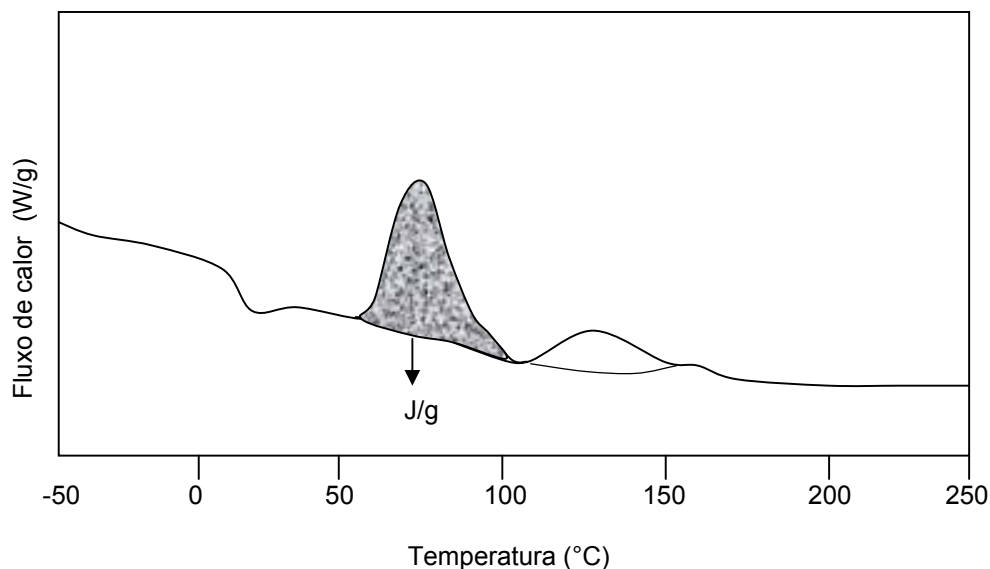


Figura 5. Desenho esquemático de curva de DSC.

A Tg das amostras submetidas às diferentes condições de polimerização, neste estudo, foi determinada em ensaio de DSC, como aquele realizado para a obtenção do grau de polimerização (item 3.4.4). Após o sistema ter sido submetido a uma taxa de aquecimento de 10°C/min, numa faixa de temperatura de -50°C a 250°C, o mesmo foi resfriado e novamente submetido ao aquecimento. O valor da Tg (em °C) foi obtido a partir da curva de DSC da segunda corrida, ou seja, no segundo ciclo de aquecimento, para determinação do ponto de inflexão (**b**) da curva, no intervalo de temperatura (**a-c**) que caracteriza a transição vítrea da amostra, conforme mostrado na Figura 1 (pág.28).

3.2.5 Ensaio de resistência ao impacto (Izod)

A resistência ao impacto mede a energia necessária para quebrar um corpo-de-prova de um material em forma de barra. Um pêndulo, de massa conhecida, é deixado cair de uma altura fixa, que oscila para bater e quebrar uma amostra posicionada no ponto mais baixo da oscilação, e que depois continua seu movimento até uma altura máxima medida no final da primeira oscilação, sendo, então, medida a energia de impacto (CANEVAROLO Jr., 2002).

Para realização deste ensaio, foi empregado o aparelho Emic, modelo AIC-1,¹⁹ destinado à realização de ensaios pelo método Izod, atendendo às exigências da norma ASTM D256, tendo sido testados 12 corpos-de-prova para cada um dos três grupos experimentais, totalizando 36 corpos-de-prova.

A Figura 6 mostra um desenho esquemático do equipamento utilizado, onde **a** é a base onde é fixado o corpo-de-prova, **b** é o pêndulo, **c** é a agulha de leitura e **d** é a escala. Na extremidade do pêndulo é fixo o martelo (**e**), o qual apresenta pesos-padrões para gerar velocidades padronizadas no momento do impacto sobre o corpo-de-prova. O peso deve ser adequado de tal forma que a energia registrada durante o impacto fique entre 10 a 85% da capacidade máxima do pêndulo.

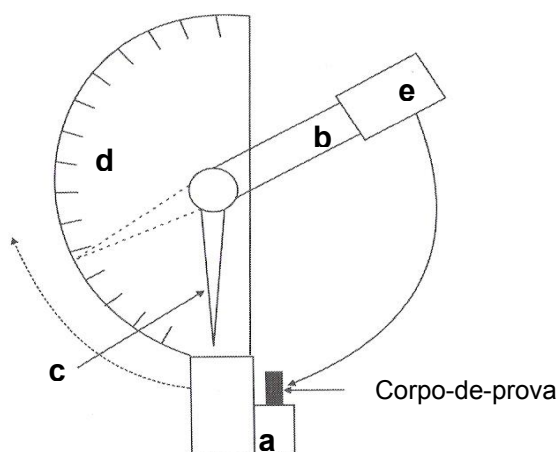


Figura 6. Desenho esquemático de máquina de impacto pendular.
Extraído de CANEVAROLO Jr., 2004.

¹⁹ Emic Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda., São José dos Pinhais, PR.

Os ensaios de resistência ao impacto foram realizados sob temperatura ambiente, a uma velocidade de impacto de 3,45m/s, altura de queda (hm) de 0,610m, comprimento efetivo do pêndulo (L) de 0,327m e energia nominal do pêndulo (Em) de 2,70J.

Ao realizar um ensaio no aparelho de impacto, a energia lida diretamente na escala não corresponde exatamente à energia absorvida pelo corpo-de-prova ensaiado. Existem forças que realizam um trabalho oposto ao realizado pela força gravitacional (resistência do ar, por exemplo), devendo-se descontar essa parcela de energia referente às perdas, para ter-se efetivamente a energia absorvida pela resistência à quebra do corpo-de-prova. Para isso, com o ponteiro de arrasto em sua posição inicial normal, o martelo foi liberado, porém sem um corpo-de-prova fixado ao aparelho, e a energia, em joules (J), verificada (Ea). A seguir, sem retornar o ponteiro, o pêndulo foi liberado novamente, tendo sido este procedimento repetido até que não houvesse mais acréscimo de posição ao ponteiro, sendo anotada a leitura final (Eb).

Após, o corpo-de-prova foi posicionado de forma vertical em relação à base do equipamento e o martelo liberado para atingir o corpo-de-prova, sendo então registrado o valor de energia utilizado para romper o mesmo (Es).

Inicialmente, foi calculado o máximo ângulo final atingido pelo pêndulo em uma oscilação livre ($\beta_{\text{máx}}$), em graus, de acordo com a equação 4.

$$\beta_{\text{máx}} = \arccos \left[1 - \left[\frac{hm}{L} \right] \times \left[1 - \frac{Ea}{Em} \right] \right] \quad (4)$$

Após, foi calculado o ângulo atingido pelo pêndulo após a quebra do corpo-de-prova (β), em graus, de acordo com a equação 5.

$$\beta = \arccos \left[1 - \left[\frac{hm}{L} \right] \times \left[1 - \frac{Es}{Em} \right] \right] \quad (5)$$

Para o cálculo da correção total de energia (E_t - energia referente às perdas), utilizou-se a equação 6.

$$E_t = \left[\frac{E_a - \frac{E_b}{2}}{\beta_{\text{máx}}} \right] \times \beta + \frac{E_b}{2} \quad (6)$$

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 7.

$$I_s = \frac{E_s - E_t}{t} \quad (7)$$

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

3.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os valores de microdureza Knoop e de resistência ao impacto (Izod) foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) e ao teste de Tukey, para comparação entre os grupos, com um nível de significância de 1%. Os dados de grau de conversão e Tg foram apresentados sob forma de tabela, sendo avaliados de forma descritiva.

4 RESULTADOS

4.1 MICRODUREZA KNOOP

O número de corpos-de-prova (n), os valores médios e desvios-padrão da microdureza Knoop e a análise estatística (valores de F e p) dos resultados obtidos para cada grupo de resina acrílica (grupos 1, 2 ou 3, conforme as condições de polimerização) estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Microdureza Knoop (média e desvio-padrão) e análise estatística (valores de F e p) de cada condição de polimerização da resina acrílica quimicamente ativada (grupos 1, 2 e 3).

Grupos	n	Média*	Desvio-padrão	F	p ≤
1	7	13,14 a	0,86	59,32	0,01
2	7	15,54 b	0,68		
3	7	17,26 c	0,55		

* Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si ($p \leq 0,01$).

De acordo com a análise de variância ANOVA e o teste de Tukey, houve diferença estatística significativa entre os valores de microdureza das amostras dos grupos 1, 2 e 3, ou seja, entre aquelas polimerizadas em contato com o ar, durante 1h, aquelas polimerizadas por 1h em contato com o ar, sendo a seguir submetidas a um ciclo de aquecimento em forno de microondas por 3 min, a 500W, e aquelas polimerizadas por 15 min, em água, a uma temperatura de 50°C e sob pressão de 20 psi, respectivamente. Observou-se que o grupo 3 apresentou a maior média de microdureza, seguido pelo grupo 2, e pelo grupo 1 ($p \leq 0,01$).

4.2 RESISTÊNCIA AO IMPACTO

A Tabela 2 mostra o número de amostras por grupo (n), as médias e desvios-padrão obtidos no ensaio de resistência ao impacto, da resina acrílica quimicamente ativada, submetida às diferentes condições de polimerização, correspondendo aos grupos 1, 2 e 3, assim como os resultados da análise estatística (valores de F e p).

Tabela 2 - Resistência ao impacto Izod (médias e desvios-padrão) e análise estatística (valores de F e p), de cada condição de polimerização da resina acrílica quimicamente ativada (grupos 1, 2 e 3).

Grupos	n	Média*	Desvio-padrão	F	p ≤
1	12	77,34 a	8,91	12,28	0,01
2	12	84,58 a	3,67		
3	12	93,48 b	9,93		

* Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si ($p \leq 0,01$).

De acordo com a análise de variância ANOVA e o teste de Tukey, não houve diferença estatística significativa entre as médias de resistência ao impacto dos grupos 1 e 2. Entretanto, o grupo 3, no qual o material foi polimerizado sob pressão de 20 psi e temperatura de 50°C, diferiu estatisticamente, mostrando resultados superiores tanto ao grupo 1, quanto ao grupo 2 ($p \leq 0,01$).

4.3 GRAU DE CONVERSÃO

Os valores da energia envolvida na conversão do monômero residual e/ou oligômeros, a porcentagem do material não convertido, assim como o grau de conversão das amostras de resina acrílica dos diferentes grupos, foram obtidos a partir de termogramas de DSC, apresentados em anexo.

Na Tabela 3, estão apresentados os valores do grau de conversão (%P) das amostras de resina acrílica quimicamente ativada, polimerizada sob diferentes condições, correspondendo aos grupos 1, 2 e 3. O grau de conversão foi obtido a partir da energia (e) envolvida na conversão do monômero residual e/ou oligômeros e da porcentagem do material não convertido (%NP), através da análise por DSC.

Tabela 3 - Grau de conversão, porcentagem de material não polimerizado e energia envolvida na conversão, da resina acrílica quimicamente ativada, conforme as condições de polimerização (grupos 1, 2 e 3).

Grupos	Corpo-de-prova (CP)	e (J/g)	NP (%)	P (%)
1	CP1	9,62	11,86	88,14
	CP2	3,00	3,70	96,30
2	CP1	1,88	2,31	97,69
	CP2	1,95	2,40	97,60
3	CP1	-	-	100
	CP2	-	-	100

4.4 TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA (T_g)

A temperatura de transição vítrea (T_g) das amostras submetidas às diferentes condições de polimerização foi determinada a partir dos termogramas de DSC, apresentados em anexo.

A Tabela 4 apresenta os valores de Tg, de cada corpo-de-prova da resina acrílica quimicamente ativada, obtidos a partir das diferentes condições de polimerização, correspondendo aos grupos 1, 2 e 3, extraídos dos termogramas de DSC.

Tabela 4 - Valores de Tg, para as amostras de resina acrílica quimicamente ativada, submetidas às diferentes condições de polimerização.

Grupos	Corpo-de-prova (CP)	Tg (°C)
1	CP1	102,37
	CP2	103,79
2	CP1	105,22
	CP2	106,24
3	CP1	110,25
	CP2	107,85

5 DISCUSSÃO

Considerando-se que as resinas acrílicas quimicamente ativadas têm sido o material mais utilizado na confecção de aparelhos ortodônticos removíveis e que existem diferentes técnicas para a confecção destes aparelhos, o presente estudo avaliou a influência das condições de polimerização sobre a microdureza, a resistência ao impacto, o grau de conversão e a temperatura de transição vítrea (Tg) de uma resina acrílica quimicamente ativada, uma vez que são características importantes de serem conhecidas para a tomada de decisão clínica.

Para o ensaio de microdureza Knoop, assim como para a verificação do grau de conversão e Tg do material, confeccionaram-se placas de resina acrílica com grampos, simulando aparelhos ortodônticos removíveis, de modo que os resultados fossem aproximados, ao máximo, da realidade, e pudessem ser extrapolados para a prática clínica. No primeiro grupo, a resina foi polimerizada em contato com o ar durante 1h, sob temperatura e pressão ambiente, sendo este o grupo representante da técnica mais simples. No segundo grupo, após a polimerização por 1h em contato com o ar, sob temperatura e pressão ambiente, a resina foi submetida a um ciclo de aquecimento em forno de microondas, durante 3 min, a 500W. Este grupo representa técnica prática de aquecimento adicional, visando a um melhor desempenho clínico. Já as placas de resina acrílica do terceiro grupo foram polimerizadas em água, sob pressão de 20 psi, a uma temperatura de 50°C, durante 15 min, representando uma técnica mais sofisticada de polimerização das resinas acrílicas quimicamente ativadas.

Para o ensaio de resistência ao impacto Izod, foram construídas barras de secção retangular, como recomendado pela ASTM D256, sem entalhe. As amostras foram obtidas da mesma maneira que as placas de resina acrílica, ou seja, submetidas às diferentes condições de polimerização já descritas. Ainda, as mesmas foram polimerizadas sobre matrizes de gesso, da mesma forma que as placas de resina acrílica foram polimerizadas sobre os modelos.

A norma ASTM D256 recomenda que o corpo-de-prova, utilizado neste tipo de ensaio de impacto, seja entalhado, com o objetivo de gerar concentração de

tensões na extremidade do entalhe, para promover fratura frágil ao invés de fratura dúctil (minimizando a deformação plástica e reduzindo o espalhamento de energia para a fratura). Este procedimento também visa simular o processo de ruptura sob o impacto de um material que apresente um defeito estrutural inerente à sua constituição química, ou gerado no processo de fabricação do mesmo (CANEVAROLO Jr., 2004). Como a resina acrílica é um material frágil, quebrando com facilidade quando submetida ao teste de impacto, não foi necessária a realização do entalhe.

Comparadas com as resinas termoativadas, as resinas acrílicas quimicamente ativadas apresentam uma quantidade maior de monômero residual após a polimerização do material (RUYTER; ØYSAED, 1982; VALLITTU; MIETTINEN; ALAKUIJALA, 1995; CRAIG, 1997; ANUSAVICE, 1998; LEE; LAI; HSU, 2002). De acordo com alguns autores, este fato é devido a um menor grau de conversão obtido por um ativador químico, quando comparado com a ativação pelo calor (VALLITTU; MIETTINEN; ALAKUIJALA, 1995). Este comportamento das resinas acrílicas quimicamente ativadas pode exercer uma influência significativa sobre as propriedades mecânicas das mesmas (JAGGER, 1978; RUYTER; ØYSAED, 1982; DOĞAN *et al.*, 1995; ANUSAVICE, 1998; LEE; LAI; HSU, 2002).

Para minimizar esta quantidade de monômero residual que se solubiliza do material, este deve apresentar um maior grau de conversão. A partir disso, várias técnicas têm sido propostas com o objetivo de aumentar o grau de conversão das resinas acrílicas quimicamente ativadas, assim como melhorar suas propriedades mecânicas (LAMB, 1983; DONAVAN; HURST; CAMPAGNI, 1985; DOĞAN *et al.*, 1995; VALLITTU; RUYTER; BUYKUILMAZ, 1998; OGAWA; TANAKA; KOYANO, 2000; LEE; LAY; HSU, 2002; BAYRAKTAR; DURAN; GUVENER, 2003; OGAWA; HASEGAWA, 2005). Ainda com este mesmo objetivo, ou seja, obter um material com propriedades superiores, alguns autores utilizaram a energia de microondas para proporcionar um ciclo adicional de aquecimento à resina acrílica quimicamente ativada (YUNUS; HARRISON; HUGGETT, 1994; BLAGOJEVIC; MURPHY, 1999).

Por este motivo, neste trabalho, utilizou-se a energia de microondas, como uma energia complementar, assim como o aumento da pressão e temperatura durante a polimerização, de uma resina acrílica quimicamente ativada, com o objetivo de melhorar as propriedades de microdureza e resistência ao impacto do material, da mesma forma que proporcionar um maior grau de conversão ao mesmo.

Os resultados mostraram que modificando o ambiente de polimerização da resina acrílica quimicamente ativada utilizada, a microdureza Knoop e a resistência ao impacto podem ser aprimoradas. A microdureza do grupo polimerizado em água, sob pressão de 20 psi, a uma temperatura de 50°C (grupo 3) foi estatisticamente maior do que o grupo no qual a resina acrílica foi polimerizada em contato com o ar por 1h, sob temperatura e pressão ambiente, tendo após recebido o ciclo de aquecimento em microondas, por 3 min, a 500W (grupo 2). As médias deste último, por sua vez, foram superiores ao grupo no qual a resina foi somente deixada polimerizar em contato com o ar, durante 1h, sob temperatura e pressão ambiente (grupo 1).

A microdureza Knoop de uma resina acrílica quimicamente ativada, curada sob pressão e temperatura, foi de 16 Kg/mm², de acordo com Craig (1997). Os resultados encontrados pelo autor foram semelhantes aos observados neste trabalho, no qual as amostras polimerizadas sob pressão e temperatura obtiveram um valor médio de microdureza Knoop de 17,26, sendo superior aos valores de microdureza obtidos com a resina acrílica quimicamente ativada polimerizada ao ar, em temperatura e pressão ambiente.

Autores como Lee, Lay e Hsu (2002) também verificaram um acréscimo na dureza superficial da resina acrílica quimicamente ativada, quando esta era polimerizada em temperaturas maiores, da mesma forma que os resultados desta pesquisa. Segundo os autores, o aumento da temperatura do ambiente contribui para um aumento da dureza superficial, assim como quando a resina é polimerizada em água, a quantidade de monômero residual é menor do que quando polimerizada em ar. Provavelmente isto se deve ao fato de que, em temperaturas mais altas, há uma maior mobilidade das unidades monoméricas,

acelerando a polimerização dos radicais livres. Além disso, segundo os autores, existe uma quantidade menor de oxigênio na água do que no ar, diminuindo a competição deste por radicais livres com o metacrilato de metila, justificando o maior grau de conversão e, conseqüentemente, maior microdureza, resistência ao impacto e Tg do grupo 3.

A elevação da temperatura também aumentou os valores de dureza de uma resina acrílica quimicamente ativada, no estudo realizado por Ogawa e Hasegawa (2005). Entretanto, os autores observaram que as amostras polimerizadas em água obtiveram menores valores de dureza do que as amostras polimerizadas em condições secas.

Já Donavan, Hurst e Campagni (1985) não encontraram diferenças significativas para a dureza de uma resina acrílica quimicamente ativada quando esta era polimerizada sob diferentes condições, ou seja, em ar ou em água, sob pressão ambiente, assim como em ar ou água sob pressão de 20 psi, embora a resistência transversa tenha sido maior para o grupo polimerizado em água, sob pressão de 20 psi.

No presente estudo, o grupo 2, no qual as amostras foram polimerizadas em contato com o ar, sob pressão ambiente, durante 1h, sendo posteriormente submetidas a um ciclo de aquecimento em forno de microondas durante 3 min, a 500W, apresentou valores intermediários de microdureza Knoop, quando comparado com os outros dois grupos. Entretanto, foi observado um aumento significativo da dureza, quando esta era submetida ao ciclo adicional de aquecimento em microondas, quando comparada com o grupo no qual o material foi somente polimerizado em contato com o ar, discordando dos resultados encontrados por Blagojevic e Murphy (1999), que obtiveram valores similares de dureza, para uma resina acrílica quimicamente ativada, antes e após um ciclo de aquecimento em forno de microondas, por 3 min, a 600W.

Da mesma forma que a microdureza Knoop, os maiores valores de resistência ao impacto foram observados nas amostras do grupo 3. Os grupos 1 e 2, os quais foram polimerizados sob pressão ambiente, e em contato como o ar, não diferiram entre si em relação a esta propriedade.

Robinson e McCabe (1993) verificaram que a presença de pequenos defeitos na superfície da resina acrílica é capaz de reduzir significativamente a resistência ao impacto da mesma.

Apesar de a avaliação da porosidade não ter sido alvo deste trabalho, uma quantidade visivelmente maior de poros foi observada nas amostras dos grupos 1 e 2, quando comparadas com as amostras do grupo 3 (Figura 4). De acordo com Donavan, Hurst e Campagni (1985), a resina acrílica polimerizada sob pressão é mais resistente e menos porosa, do que quando processada em condições ambiente. Ainda, o aumento moderado da pressão, segundo Lee, Lay e Hsu (2002), poderia prevenir a evaporação do monômero nos estágios iniciais da polimerização, diminuindo a porosidade do material. No presente trabalho, a resina acrílica foi levada ainda fluída ao modelo de gesso, podendo ter sido a causa da menor difusão do monômero para o interior das partículas do polímero, deixando, com isso, aglomerados de monômero que, por contração de polimerização, provocariam porosidades (KIMPARA; MUENCH, 1996). Estes achados também podem estar relacionados com a menor resistência do material, justificando os valores mais altos de resistência ao impacto encontrados para as amostras polimerizadas sob pressão de 20 psi, quando comparadas com as polimerizadas sob pressão ambiente.

Além disso, Anusavice (1998) cita a prensagem insuficiente durante a polimerização, como uma das causas formadoras de porosidade em bases de dentadura. Neste estudo, a confecção das placas de resina acrílica foi realizada diretamente sobre o modelo, sem a utilização de muflas e, conseqüentemente, sem prensagem, sendo esta a maneira mais usualmente empregada para a confecção de aparelhos ortodônticas removíveis.

Ao contrário do estudo realizado por Blagojevic e Murphy (1999), no qual foi verificado um aumento da resistência ao impacto de uma resina acrílica quimicamente ativada, após ter sido submetida a um ciclo de aquecimento adicional em microondas, por 3 min, a 600W, no presente trabalho não foi detectado um aumento significativo desta propriedade após o ciclo de aquecimento em forno de microondas.

Neste estudo, o grau de conversão foi determinado através da Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), na qual se acompanha a variação da energia entre a amostra e a referência, durante o processo de aquecimento/resfriamento (LUCAS; SOARES; MONTEIRO, 2001). Os dados obtidos a partir desta análise foram avaliados de forma descritiva, devido ao pequeno número de amostras por grupo, justificado pelo elevado custo dos ensaios.

As amostras de cada um dos três grupos foram submetidas a um aquecimento, e o grau de conversão foi determinado através da energia consumida para polimerização do material residual, ou seja, do monômero e/ou oligômeros presentes na resina após a polimerização. Esta energia consumida está representada, na curva de DSC, sob a área do pico exotérmico situado na faixa de temperatura de 65°C a 100°C, podendo ser visualizado nos termogramas apresentados. Assim, a área do pico seria menor, quanto menor fosse a quantidade de monômero residual e/ou oligômeros presentes no material polimerizado, da mesma forma que a energia envolvida no processo. Cumpre esclarecer que o segundo pico exotérmico observado nos termogramas de DSC, corresponde ao processo de reticulação do material, ou seja, à formação de mais ligações cruzadas entre as cadeias do polímero. Nesta faixa de temperatura (110°C a 180°C), não existe mais a polimerização via radical livre, visto que o ponto de ebulição do metacrilato de metila é 100,8°C (ANUSAVICE, 1998).

Utilizou-se como valor de referência, para este estudo, a energia consumida na conversão total da resina acrílica quimicamente ativada, ainda fluida, não polimerizada, correspondendo então este valor (81,04 J/g) a 100% de conversão.

Embora nos termogramas das amostras polimerizadas em água aquecida e sob pressão (grupo 3), não tenham sido observados picos exotérmicos na faixa de temperatura referida (65°C a 100°C), sugerindo uma conversão total do material, sabe-se que esta conversão dificilmente se completa inteiramente (ANUSAVICE, 1998). Provavelmente, o teste de DSC não é sensível o bastante para detectar a presença de quantidades pequenas de monômero residual e/ou oligômeros na resina acrílica após a polimerização.

Existem diversas técnicas para avaliação do grau de conversão em

polímeros. As técnicas mais comumente utilizadas para este fim são a Espectrometria por Infravermelho e o Raman, nas quais o grau de conversão é avaliado através da quantidade de ligações duplas entre as moléculas de carbono (C=C), de moléculas de monômero que não reagiram, diferentemente da técnica de DSC, na qual o grau de conversão é avaliado através da entalpia da reação de polimerização do material residual, justificando os valores mais altos de grau de conversão observados no presente estudo.

Os resultados deste trabalho mostraram que o grau de conversão da resina acrílica avaliada foi maior para o grupo 3, seguido do grupo 2 e do grupo 1.

De acordo com Rueggberg e Craig (1988), a microdureza é um método simples e efetivo para prever o grau de conversão de resinas. Neste estudo, os resultados encontrados para o grau de conversão mostraram uma coerência em relação aos obtidos para as demais propriedades avaliadas, visto que o grupo 3 apresentou os maiores valores de microdureza e resistência ao impacto, assim como o maior grau de conversão e maior Tg.

Vários pesquisadores demonstraram que o aumento da temperatura do meio, durante a polimerização da resina acrílica, pode aumentar significativamente o grau de conversão da mesma, assim como melhorar as suas propriedades mecânicas (DOĞAN *et al.*, 1995; VALLITTU; RUYTER; BUYKUILMAZ, 1998; OGAWA; TANAKA; KOYANO, 2000; LEE; LAY; HSU, 2002; BAYRAKTAR; DURAN; GUNEVER, 2003; OGAWA; HASEGAWA, 2005). Esta observação corrobora os resultados deste estudo, no qual o maior grau de conversão foi observado nas amostras polimerizadas em uma temperatura de 50°C, seguido daquelas nas quais o aquecimento posterior em forno de microondas foi empregado. Nestas últimas, é possível que tenha ocorrido uma “pós-polimerização” do material, visto que a polimerização adicional das resinas acrílicas quimicamente ativadas pode acontecer por um certo período de tempo (LAMB, 1983; ANUSAVICE, 1998). Além disso, como já foi ressaltado anteriormente, o calor ativa a reação química entre os componentes do monômero e do polímero, produzindo uma polimerização mais completa.

Da mesma forma, em um estudo no qual a energia de microondas foi

utilizada como um ciclo adicional de aquecimento, os níveis de monômero residual de uma resina acrílica quimicamente ativada foram reduzidos em até quatro vezes da quantidade inicial (BLAGOJEVIC; MURPHY, 1999). Ainda, no estudo realizado por Yunus, Harrison e Hugget (1994), a técnica de polimerização onde a resina acrílica quimicamente ativada foi submetida a um ciclo adicional em forno de microondas apresentou as menores quantidades de monômero residual, quando comparada com as demais condições de polimerização avaliadas no estudo (polimerização ao ar e polimerização sob temperatura e pressão controladas).

Assim como o grau de conversão, a temperatura de transição vítrea (T_g) da resina acrílica quimicamente ativada, submetida às diferentes condições de polimerização, foi determinada através da técnica de DSC e avaliada de forma descritiva.

Os valores de T_g observados seguiram o mesmo padrão dos encontrados para o grau de conversão, ou seja, um maior valor de T_g para as amostras do grupo 3. O grupo 2 apresentou uma faixa de valores intermediários, sendo que menores temperaturas foram verificadas nas amostras do grupo 1. Os resultados encontrados neste estudo estão de acordo com os obtidos por Blagojevic e Murphy (1999), no qual a T_g da resina quimicamente ativada aumentou após ter sido submetida ao ciclo adicional de aquecimento em forno de microondas. Pode-se supor que, nas amostras irradiadas com a energia de microondas, tenha havido uma maior reticulação das cadeias poliméricas, visto que um maior número de ligações cruzadas dificultaria a movimentação das cadeias, aumentando, assim, a T_g do material.

Sabe-se que a T_g é o valor médio da faixa de temperatura que permite que as cadeias poliméricas da fase amorfa adquiram mobilidade, durante o aquecimento de um material polimérico, desde uma temperatura inferior até valores superiores (CANEVAROLO Jr., 2002). Talvez os diferentes valores de T_g encontrados, em decorrência das distintas condições de polimerização da resina acrílica, não tenham uma influência clinicamente significativa, visto que, apesar de esta faixa de temperatura variar consideravelmente, normalmente está acima de 100°C , temperatura esta incompatível com o ambiente bucal.

Entretanto, como pode ser observado, a Tg da resina polimerizada sob diferentes condições ambientais apresentou um padrão de comportamento semelhante ao do grau de conversão. As moléculas de monômero residual, ou de polímeros de baixa massa molar, presentes após a polimerização, podem se interpor entre as cadeias poliméricas, afastando-as umas das outras, reduzindo as forças de atração intermolecular secundárias, aumentando a mobilidade das cadeias. Este fato faz com que o nível energético necessário para dar mobilidade à cadeia seja reduzido, reduzindo, assim, a Tg do polímero (CANEVAROLO Jr., 2002). Dessa maneira, talvez os maiores valores de Tg, obtidos no grupo 3, possam ser explicados pelo maior grau de conversão apresentado por este grupo.

Em relação à toxicidade das resinas acrílicas quimicamente ativadas, embora vários estudos *in vitro* tenham mostrado uma toxicidade do monômero residual sobre diferentes tipos de células (HENSTEN-PETTERSEN; WICTORIN, 1981; TSUCHIYA *et al.*, 1994; SHERIDAN *et al.*, 1997), assim como há relatos de casos relacionando o monômero residual com efeitos adversos locais (FISHER, 1956; McCABE; BASKER, 1976), são pobres as evidências científicas de que a liberação do monômero não reagido da resina acrílica produza efeitos adversos sistêmicos nos pacientes (ANUSAVICE, 1998). De qualquer maneira, mesmo para dispositivos que irão permanecer por, relativamente, pouco tempo em uso na boca, como os aparelhos ortodônticos removíveis, é desejável que o material empregado apresente propriedades satisfatórias, permitindo que o mesmo cumpra as suas funções, proporcionando maior conforto e segurança para o paciente, justificando a importância da seleção das melhores condições de polimerização também para a resina acrílica quimicamente ativada.

Com relação às condições de polimerização, frustrando, em parte, as expectativas, observou-se que um aquecimento em forno de microondas, utilizando um ciclo curto proposto para polimerização, não foi capaz de conferir à resina acrílica quimicamente ativada resultados tão bons quanto aqueles obtidos em água aquecida e sob pressão, no que se refere aos valores de microdureza, resistência ao impacto, grau de conversão e Tg, encontrados neste trabalho. No entanto, seus resultados foram superiores aos obtidos através da maneira

convencional (expostos ao ar), de forma que, se poderia recomendar que, quando não se tiver acesso à polimerização em água aquecida e sob pressão, a resina acrílica quimicamente ativada seja submetida a um aquecimento em forno de microondas, após a polimerização química, para obtenção de melhores resultados em termos de microdureza.

Compreender a relação entre as características físico-químicas de um material e suas propriedades finais é de fundamental importância para a obtenção de uma resina acrílica com as propriedades almejadas, segundo Azzarri, Cortizo e Alessandrini, em 2003, mas, mais importante ainda é saber aplicar esses conhecimentos para a correta seleção das melhores condições de produção dos materiais na busca do seu melhor desempenho clínico.

Sendo assim, mesmo considerando a importância da avaliação de outras propriedades, da realização de outros testes, como a verificação da quantidade de monômero residual, para corroborar os achados deste estudo e a relevância dos ensaios clínicos, os resultados deste trabalho permitem sugerir a indicação da polimerização da resina acrílica quimicamente ativada sob pressão e calor como primeira opção, seguida pela aplicação de calor por microondas, após a polimerização do material.

6 CONCLUSÕES

A partir dos resultados observados, no que se refere à polimerização da resina acrílica quimicamente ativada, pode-se concluir que:

- 1 - As distintas condições utilizadas para a polimerização promoveram diferença estatisticamente significativa na microdureza Knoop e resistência ao impacto, assim como exerceram influência sobre o grau de polimerização e Tg da resina acrílica quimicamente ativada avaliada.
- 2 - Os maiores valores de microdureza Knoop foram obtidos no grupo 3, no qual a resina acrílica foi polimerizada em água aquecida e sob pressão, seguidos do grupo 2, no qual a mesma foi deixada polimerizar ao ar, e após aquecida em forno de microondas que, por sua vez, foi superior ao grupo 1, no qual a resina foi deixada polimerizar em contato com o ar.
- 3 - O grupo 3 obteve valores superiores de resistência ao impacto, quando comparado com os outros dois grupos. Entretanto, para esta propriedade, não houve diferença entre as amostras dos grupos 1 e 2.
- 4 - Numericamente, o grau de polimerização e a Tg das amostras do grupo 3 foram superiores às do grupo 2, e seguidas pelo grupo 1.
- 5 - Considerando os aspectos avaliados neste trabalho, a condição de polimerização da resina acrílica quimicamente ativada, em água aquecida e sob pressão (grupo 3), produziu os melhores resultados, devendo ser indicada como a técnica de primeira escolha, seguida pela técnica do aquecimento adicional em forno de microondas (grupo 2), que, por sua vez, se mostrou superior à técnica convencional (grupo 1).

REFERÊNCIAS¹

ADAMS, C. P. **Aparelhos Ortodônticos Removíveis**. 1.ed. São Paulo: Santos, 1987. 255p.

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**, Dallas, v.4, n.1, p.25-32, Feb. 1988.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Designation D 256-97**: Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics. 3rd ed. New York, NY, 1998. 20p.

ANTONUCCI, J. M.; TOTH, E. E. Extent of polymerization of dental resins by differential scanning calorimetry. **J Dent Res**, Alexandria, v.62, n.2, p.121-125, Feb. 1983.

ANUSAVICE, K. J. (Ed.). **Phillips materiais dentários**. 10.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998. 412 p.

ARTIGOS ODONTOLÓGICOS CLÁSSICO. **Descrição dos métodos de acrilização de aparelhos ortodônticos**. disponível em: <<http://www.classico.com.br>> Acesso em 17 Ago. 2005.

AZZARRI, M. J.; CORTIZO, M. S.; ALESSANDRINI, J. L. Effect of the curing conditions on the properties of an acrylic denture base resin microwave-polymerized. **J Dent**, Oxford, v.31, n.7, p.463-468, Sept. 2003.

BAKER, S.; BROOKS, S. C.; WALKER, D. M. The release of residual monomeric methyl methacrylate from acrylic appliances in the human mouth: an assay for monomer in saliva. **J Dent Res**, Alexandria, v.67, n.10, p.1295-1299, Oct. 1988.

BAYRAKTAR, G.; DURAN, O.; GUNEVER. B. Effect of glass fibre reinforcement on residual methyl methacrylate content of denture base polymers. **J Dent**, Oxford, v.31, n.4, p.297-302, May 2003.

BERNAL, C. *et al.* Influência de alguns parâmetros experimentais nos resultados de análises calorimétricas diferenciais - DSC. **Quim Nova**, São Paulo, v.25, n.5, p.849-855, set./out. 2002.

BLAGOJEVIC, V.; MURPHY, V. M. Microwave polymerization of denture base materials. A comparative study. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.26, n.10, p.804-808, Oct. 1999.

¹ De acordo com a NBR6023, de agosto de 2002, e as abreviaturas dos títulos de periódicos com o Medline.

BRAUN, K. O.; DEL BEL CURY, A. A.; CURY, J. A. Avaliação *in vitro* da efetividade de polimerização da resina acrílica dental ativada através de energia de microondas, quando em contato com metal. **Rev Odontol Univ São Paulo**, São Paulo, v.12, n.2, p.173-180, abr./jun. 1998.

CANEVAROLO Jr., S. V. **Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 1.ed. São Paulo: Artliber, 2002. 183p.

CANEVAROLO Jr., S. V. **Técnicas de caracterização de polímeros**. 1.ed. São Paulo: Artliber, 2004. 448p.

CHEN, T.; KUSY, R. P. Effect of methacrylic acid: methyl methacrylate monomer ratios on polymerization rates and properties of polymethyl methacrylates. **J Biomed Mater Res**, Hoboken, v.36, n.2, p.190-199, Aug. 1997.

CRAIG, R. G. **Restorative dental materials**. 10. ed. St. Louis: Mosby, 1997. 584p.

CURY, A. A. D. B.; RODRIGUES Jr.; PANZERI, H. Resinas acrílicas dentais polimerizadas por energia de microondas, método convencional de banho de água e quimicamente ativada: propriedades físicas. **Rev Odontol Univ São Paulo**, São Paulo, v.8, n.4, p.243-249, out./dez., 1994.

DE CLERCK, J. P. Microwave polymerization of acrylic resins used in dental prostheses. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.57, n.5, p.650-658, May 1987.

DOĞAN, 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**, Oxford, v.23, n.5, p.313-318, Oct. 1995.

DONAVAN, T. E.; HURST, R. G.; CAMPAGNI, W. V. Physical properties of acrylic resin polymerized by four different techniques. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.54, n.4, p.522-524, Oct. 1985.

FISHER, A. A. Allergic sensitization of the skin and oral mucosa to acrylic resin denture materials. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.6, n.5, p.593-602, Sept. 1956.

FLETCHER, A. M. *et al.* The level of residual monomer in self-curing denture base materials. **J Dent Res**, Alexandria, v.62, n.2, p.118-120, Feb. 1983.

HENSTEN-PETTERSEN, A.; WICTORIN, L. The citotoxic effect of denture base polymers. **Acta Odontol Scand**, Oslo, v.39, n.2, p.101-106, 1981.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARTIZATION. **Specification 1567**: Dentistry - denture base polymers. 3rd ed. Switzerland, 1999. 32 p.

JAGGER, R. G. Effect of the curing cycle on some properties of a

polymethylmethacrylate denture base material. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.5, n.2, p.151-157, Apr. 1978.

KIMPARA, E. T.; MUENCH, A. Porosidade em decorrência do processamento e volume de resina acrílica. **Rev Odontol Univ São Paulo**, São Paulo, v.10, n.3, p.237-239, jul./set. 1996.

KLEIN Jr., C. A. **Avaliação do grau de conversão e presença de monômeros residuais em 2 diferentes sistemas adesivos**. 2002. 54f. Dissertação (Mestrado em Odontologia: Dentística Restauradora) - Faculdade de Odontologia, Universidade Luterana do Brasil, Canoas, 2002.

LAMB, D. J. The effects of process variables on levels of residual monomer in autopolymerizing dental acrylic resin. **J Dent**, Oxford, v.11, n.1, p.80-88, Mar. 1983.

LEE, S. Y.; LAI, Y. L.; HSU, T. S. Influence of polymerization conditions on monomer elution and microhardness of autopolymerized polymethyl methacrylate resin. **Eur J Oral Sci**, Copenhagen, v.110, n.2, p.179-183, Apr. 2002.

LUCAS, E. F.; SOARES, B. G.; MONTEIRO, E. C. **Caracterização de Polímeros, Determinação de Peso Molecular e Análise Térmica**. Rio de Janeiro: e-papers, 2001, disponível em <<http://www.e-papers.com.br>>.

McCABE, J. F.; BASKER, R. M. Tissue sensitivity to acrylic resin. A method of measuring the residual monomer content and its clinic application. **Br Dent J**, London, v.140, n.10, p.347-350, May 1976.

McCABE, J. F.; WILSON, H. J. The use of differential scanning calorimetry for the evaluation of dental materials. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.7, n.3, p.235-243, May 1980.

MIYAZAKI, K.; HORIBE, T. Polymerization of multifunctional methacrylates and acrylates. **J Biomed Mater Res**, Hoboken, v.22, n.11, p.1011-1022, Nov. 1988.

MUCHA, J. N. **Grampos e Placas Ortodônticas**. 1. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1997. 72p.

NEALON, F. H. Acrylic restorations by the operative nonpressure procedure. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.2, n.4, p.513-535, July 1952.

NISHII, M. Studies on the curing of denture base resins with microwave irradiation: with particular reference to heat-curing resins. **J Osaka Dent Univ**, Osaka, v.2, p.23-40, Feb. 1968.

OGAWA, T.; TANAKA, M.; KOYANO, K. Effect of water temperature during polymerization on strength of autopolymerizing resin. **J Prosthet Dent**, St. Louis,

v.84, n.2, p.222-224, Aug. 2000.

OGAWA, T.; HASEGAWA, A. Effect of curing environment on mechanical properties and polymerization behaviour of methyl-methacrylate autopolymerizing resin. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.32, n.3, p.221-226, Mar. 2005.

PEYTON, F. History of resins in dentistry. **Dent Clin North Am**, Philadelphia, v.19, n.2, p.211-222, Apr. 1975.

ROBINSON, J. G.; McCABE, J. F. Impact strength of acrylic resin denture base materials with surface defects. **Dent Mater**, Dallas, v.9, n.5, p.355-360, Nov. 1993.

RUEGGERBERG, F. A.; CRAIG, R. G. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. **J Dent Res**, Alexandria, v.67, n.6, p.932-937, June, 1988.

RUYTER, I. E. Release of formaldehyde from denture base polymers. **Acta Odontol Scand**, Oslo, v.38, n.1, p.17-27, Mar. 1980.

RUYTER, I. E.; ØYSAED, H. Conversion in denture base polymers. **J Biomed Mater Res**, Hoboken, v.16, n.5, p.741-754, Sept. 1982.

SADAMORI, S. *et al.* Influence of thickness and location on the residual monomer content of denture base cured by three processing methods. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.72, n.1, p.19-22, July 1994.

SANSEVERINO, A. M. Microondas em síntese orgânica. **Quim Nova**, São Paulo, v.25, n.4, p.660-667, jul./ago. 2002.

SHERIDAN, J. P. *et al.* Cytotoxicity of denture base resins. **Int J Prosthodont**, Lombard, v.10, n.1, p.73-77, Jan./Feb. 1997.

SHIBAYAMA, R. *et al.* Utilização da energia de microondas no processamento de próteses totais. **Rev Odontol Araçatuba**, Araçatuba, v.23, n.2, p. 32-34, ago./dez. 2002.

STAFFORD, G. D. *et al.* A review of the properties of some denture base polymers. **J Dent**, Oxford, v.8, n.4, p.292-306, Dec. 1980.

STAFFORD, G. D.; BROOKS, S. C. The loss of residual monomer from acrylic orthodontic resins. **Dent Mater**, Dallas, v.1, n.4, p.135-138, Aug. 1985.

TAKAMATA, T; SETCOS, J. C. Resin denture bases: review of accuracy and methods of polymerization. **Int J Prosthodont**, Lombard, v.2, n.6, p.555-562, Nov./Dec. 1989.

TSUCHIYA, H. *et al.* Leaching and cytotoxicity of formaldehyde and methyl

methacrylate from acrylic resin denture base materials. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v.71, n.6, p.618-624, June 1994.

VALLITTU, P. K.; MIETTINEN, V.; ALAKUIJALA, P. Residual monomer content and its release into water from denture base materials. **Dent Mat**, Dallas, v.11, n.6, p.338-342, Nov. 1995.

VALLITU, P. K.; RUYTER, I. E.; BUYKUILMAZ, S. Effect of polymerization temperature and time on the residual monomer content of denture base polymers. **Eur J Oral Sci**, Copenhagen, v.106, n.1, p.588-593, Feb. 1998.

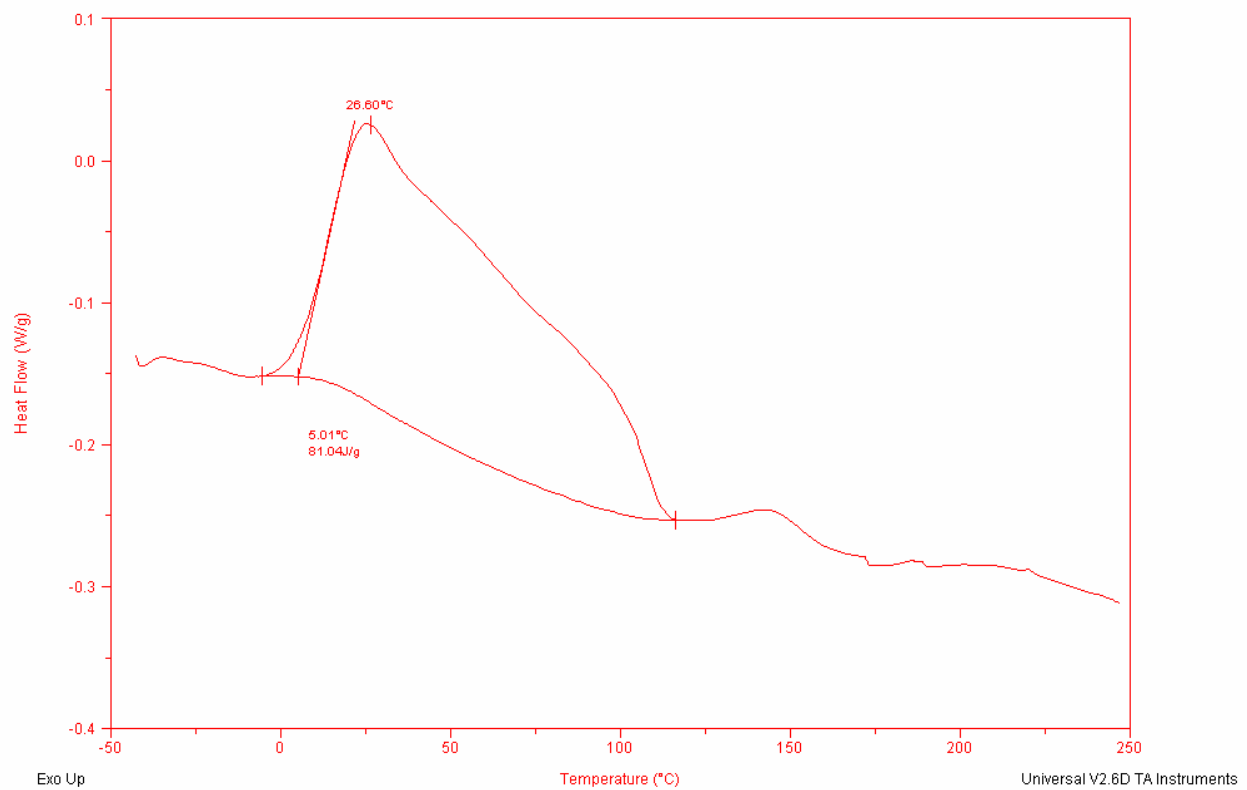
VALLITTU, P. K.; EKSTRAND, K. In vitro cytotoxicity of fibre-polymethyl methacrylate composite used in dentures. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.26, n.8, p.666-671, Aug. 1999.

YUNUS, N; HARRISON, A.; HUGGETT, R. Effect of microwave irradiation on the flexural strength and residual monomer levels of an acrylic resin repair material. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.21, n.6, p.641-648, Nov. 1994.

ANEXOS

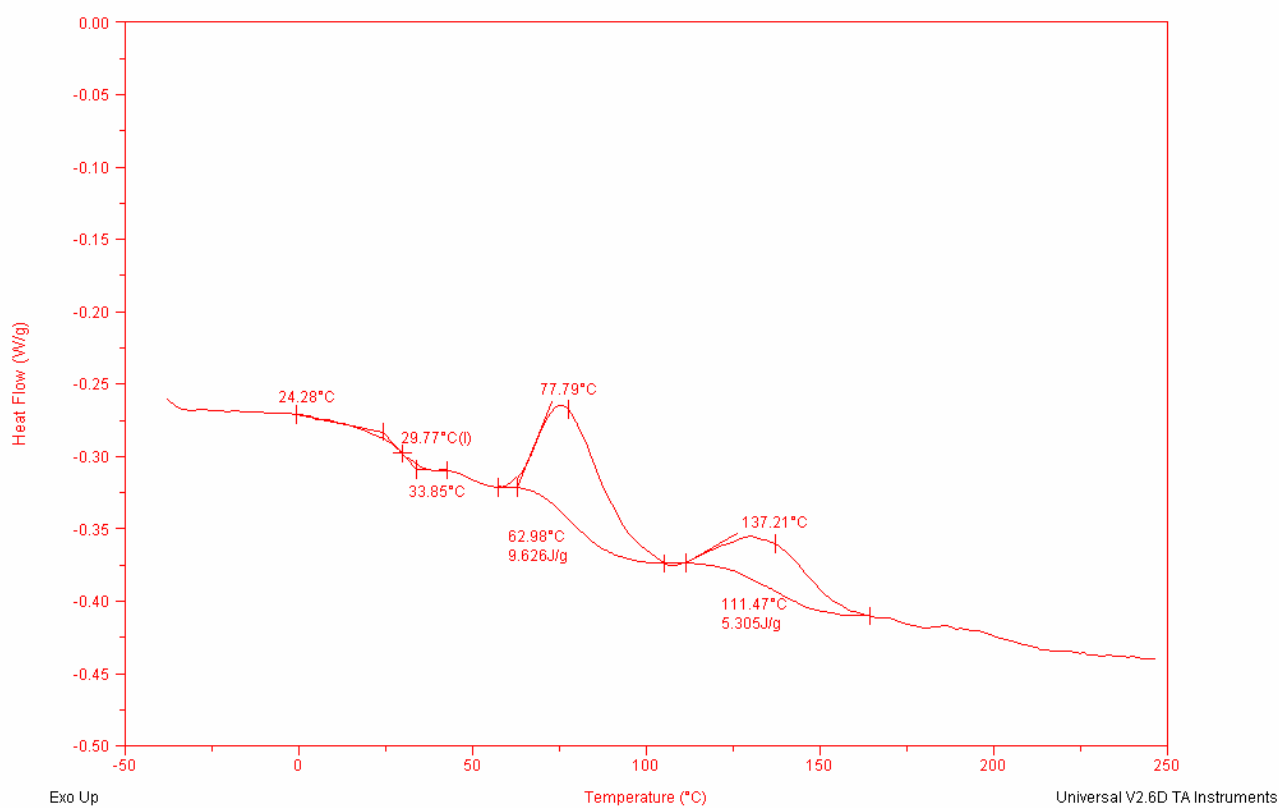
ANEXO 1

Termograma de DSC, obtido através do ensaio com a resina acrílica quimicamente ativada, não polimerizada.

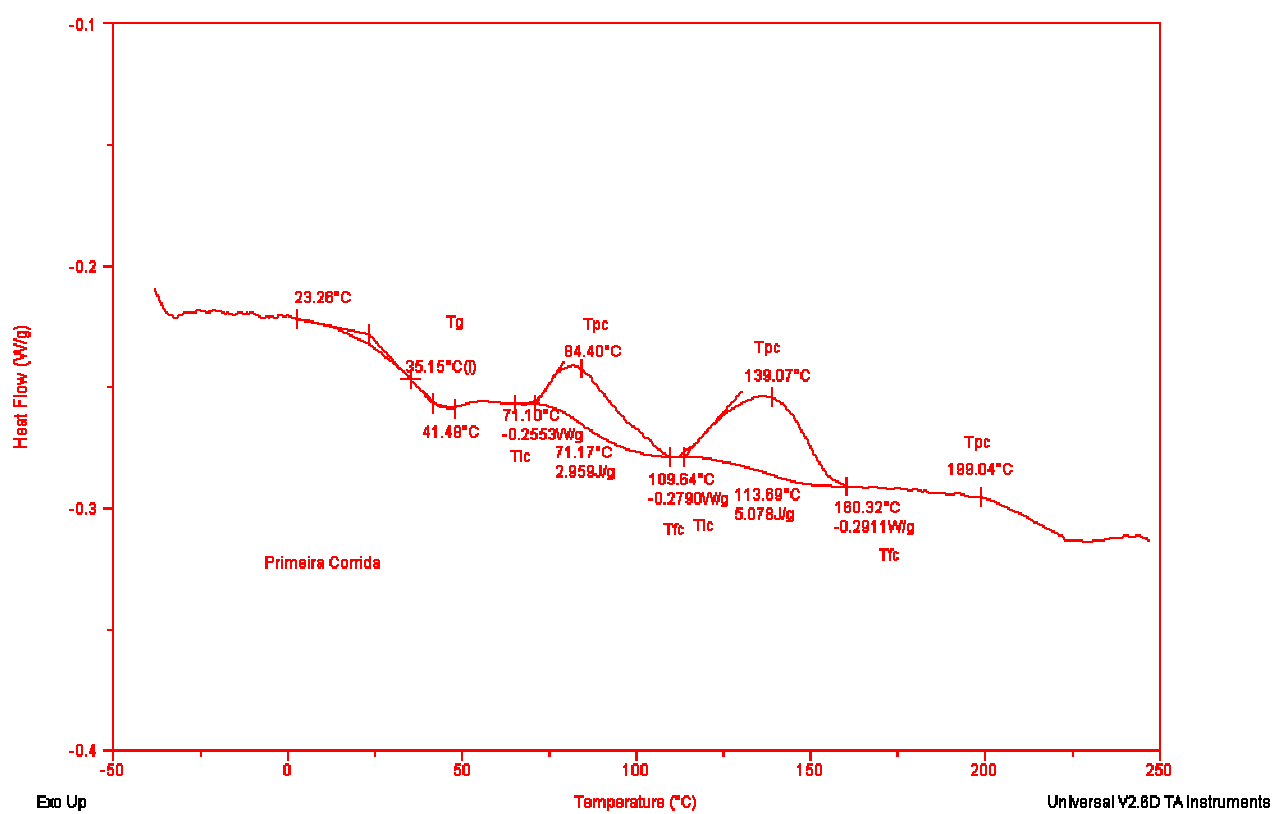


ANEXO 2

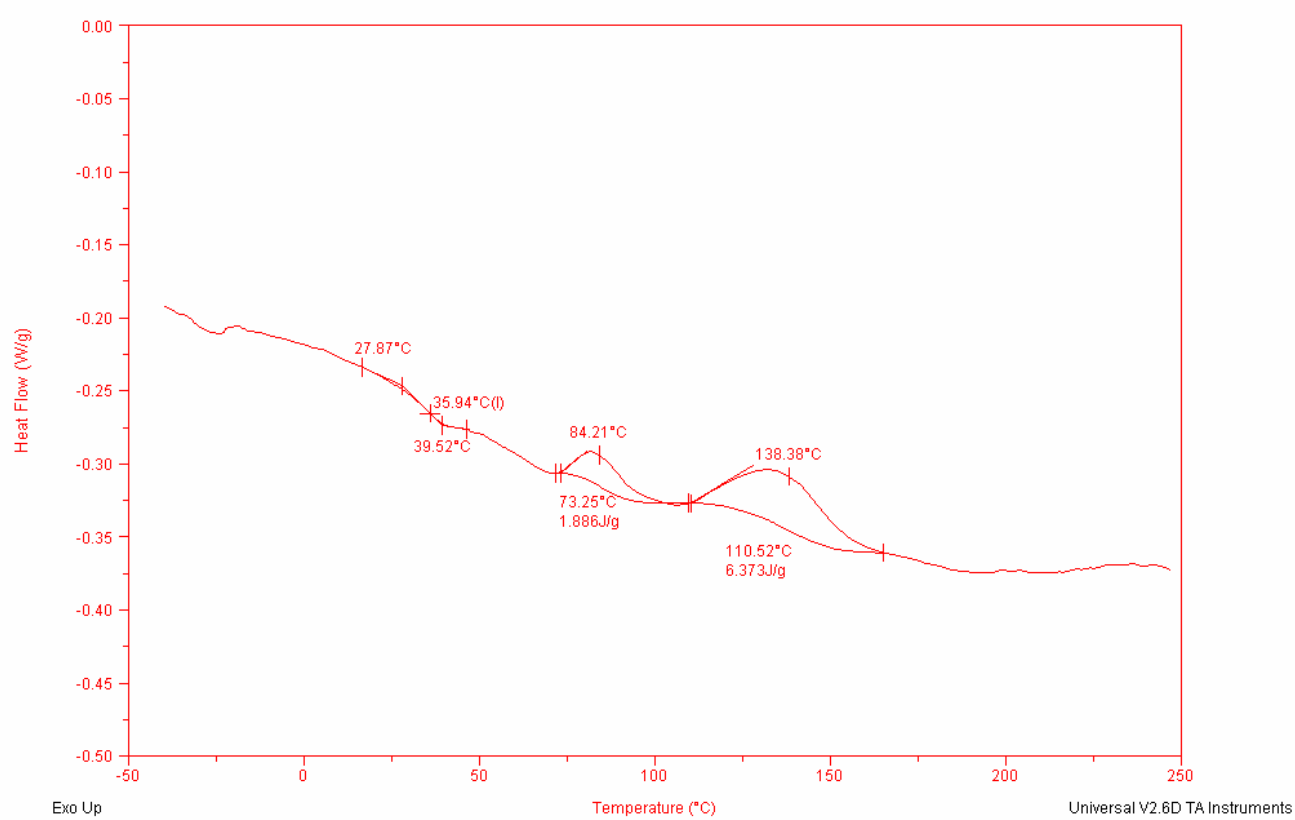
Termogramas de DSC para determinação do grau de conversão



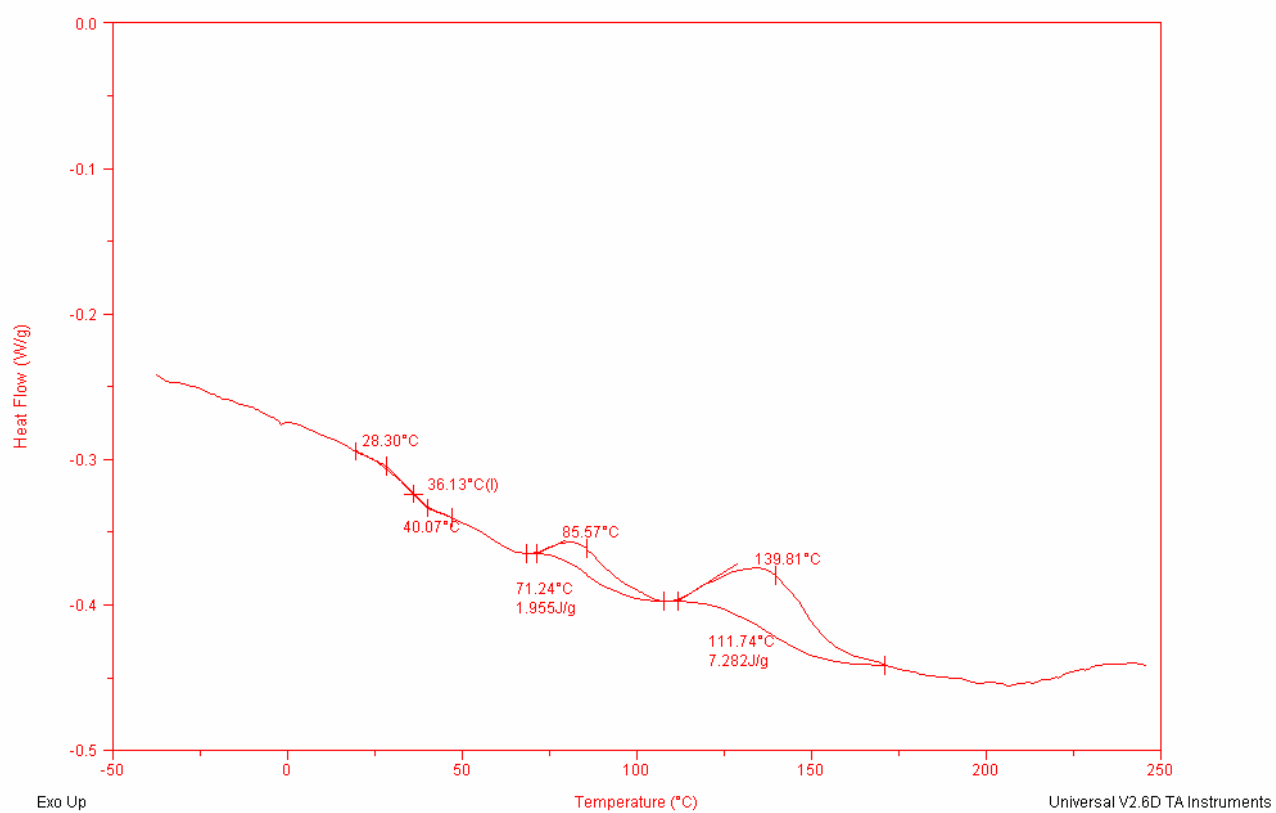
Termograma de DSC utilizado para determinação do grau de conversão de amostra 1 (CP1) de resina acrílica do grupo 1 (polimerizada ao ar, durante 1h, em temperatura e pressão ambiente).



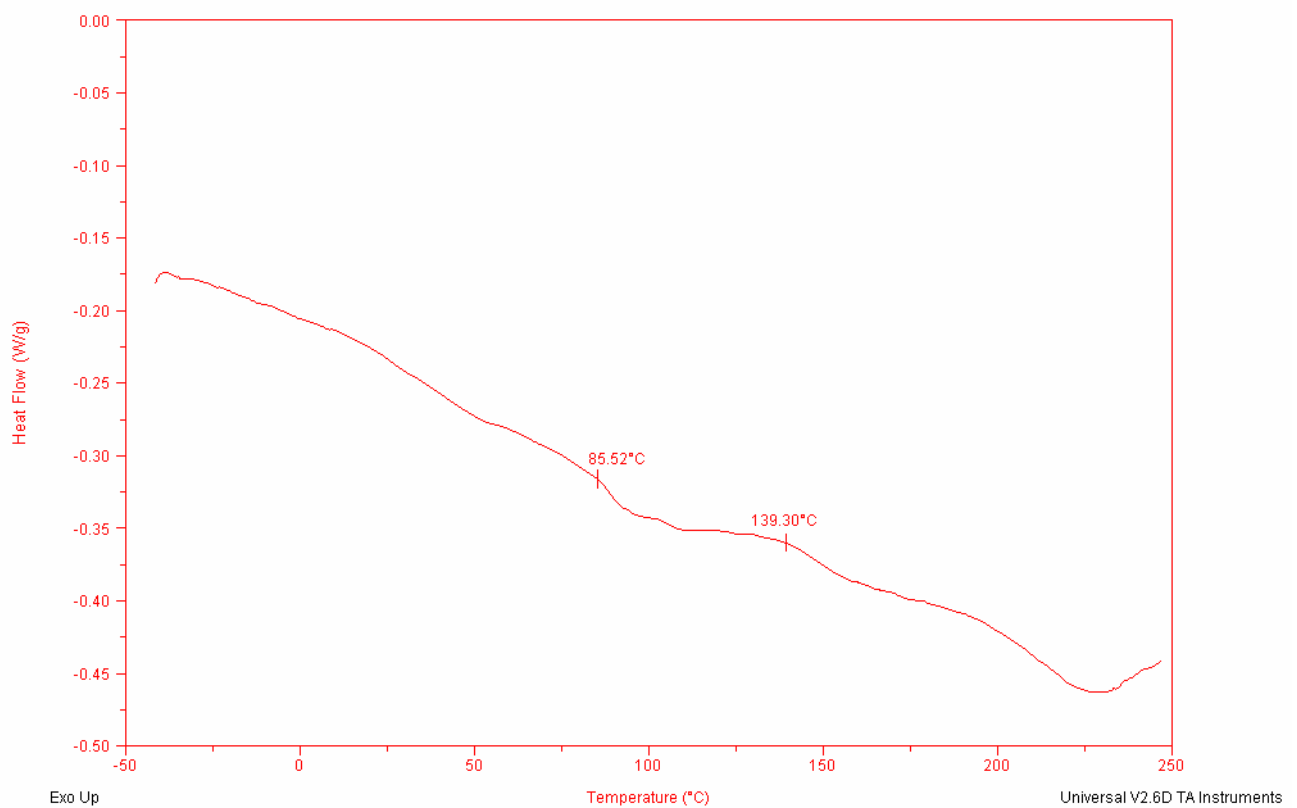
Termograma de DSC utilizado para determinação do grau de conversão de amostra 2 (CP2) de resina acrílica do grupo 1.



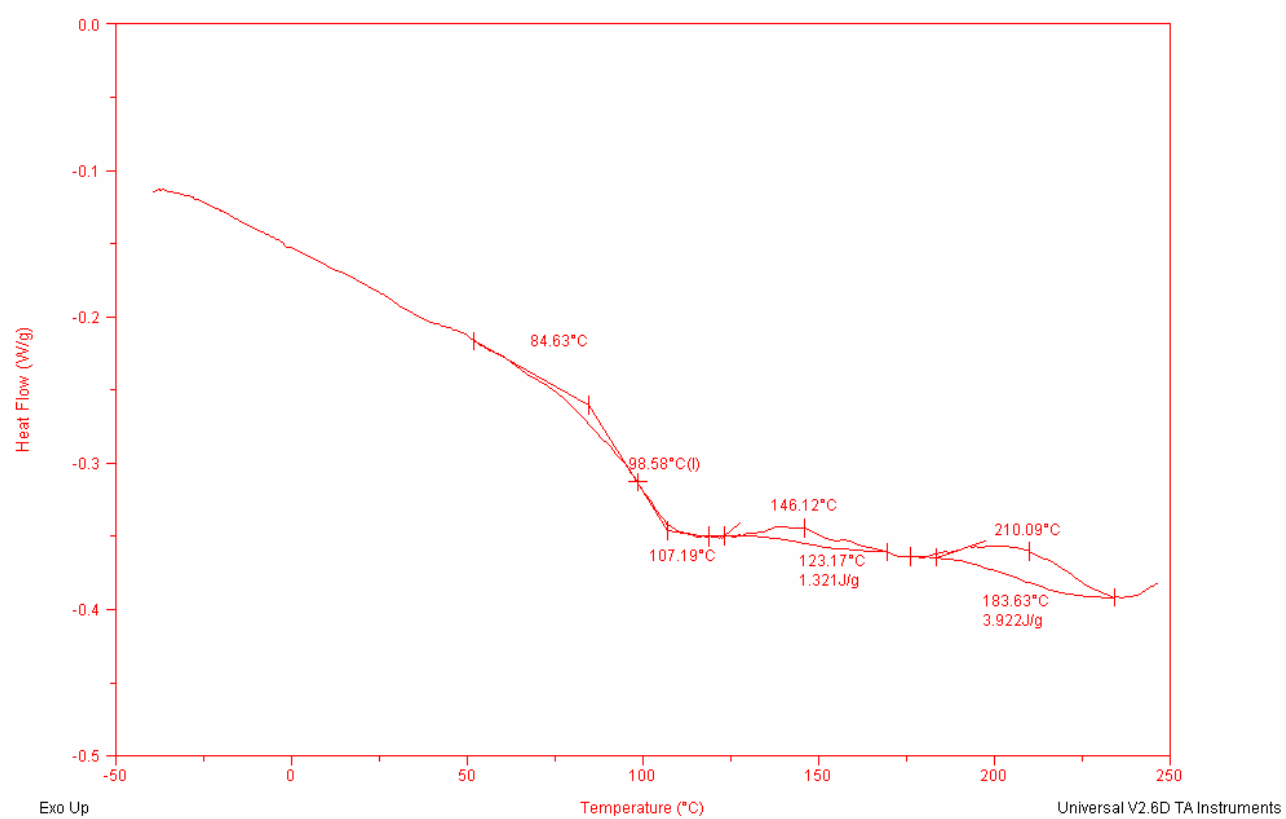
Termograma de DSC utilizado para determinação do grau de conversão de amostra 1 (CP1) de resina acrílica do grupo 2 (polimerizada ao ar, durante 1h, em temperatura e pressão ambiente, e após submetida a ciclo adicional em forno de microondas).



Termograma de DSC utilizado para determinação do grau de conversão de amostra 2 (CP2) de resina acrílica do grupo 2.



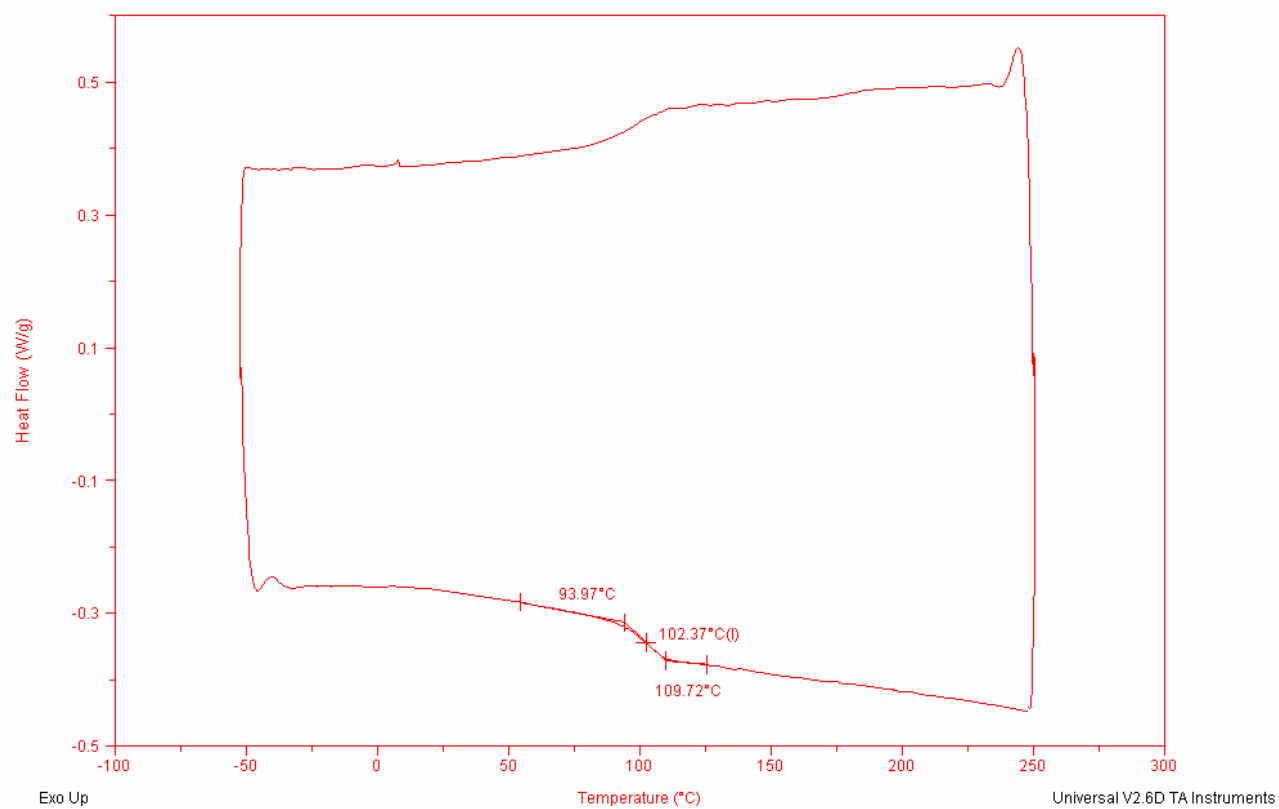
Termograma de DSC utilizado para determinação do grau de conversão de amostra 1 (CP1) de resina acrílica do grupo 3 (polimerizada em água aquecida e sob pressão, durante 15 min).



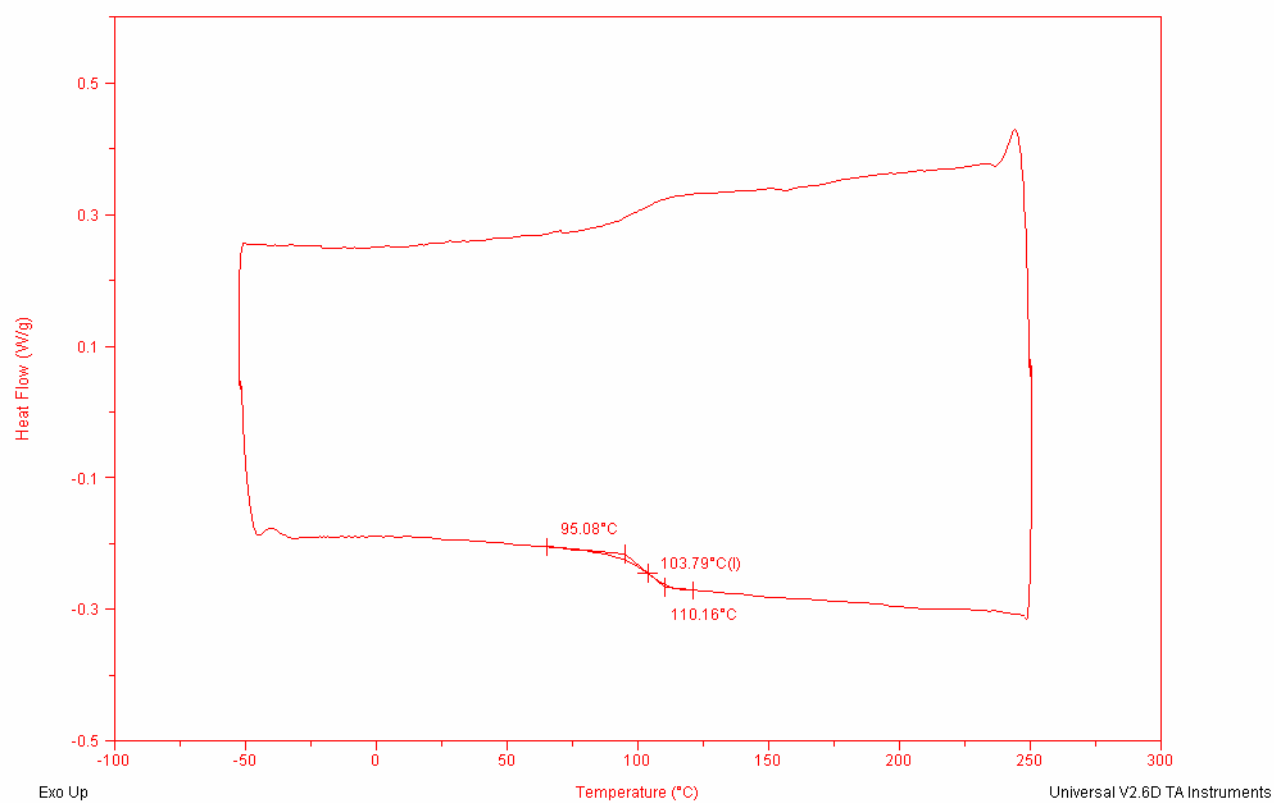
Termograma de DSC utilizado para determinação do grau de conversão de amostra 2 (CP2) de resina acrílica do grupo 3.

ANEXO 3

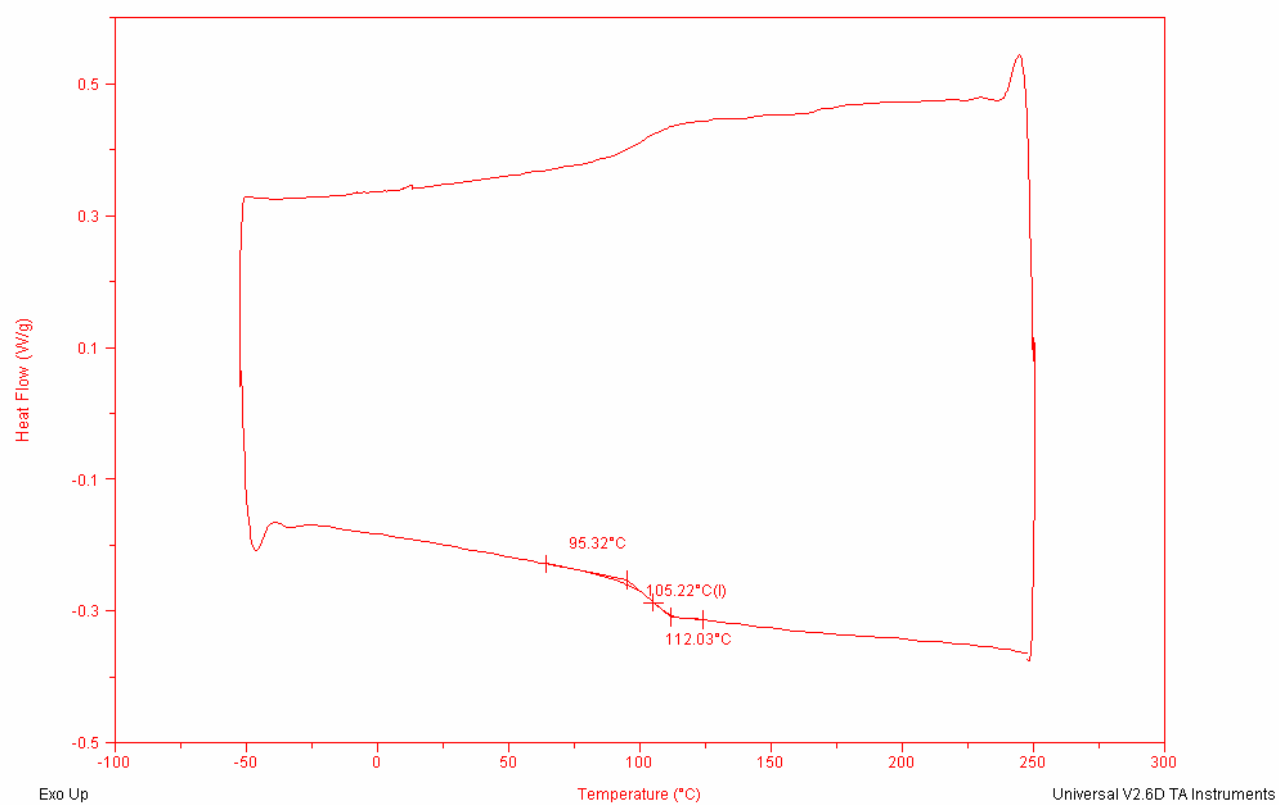
Termogramas de DSC para determinação da Tg



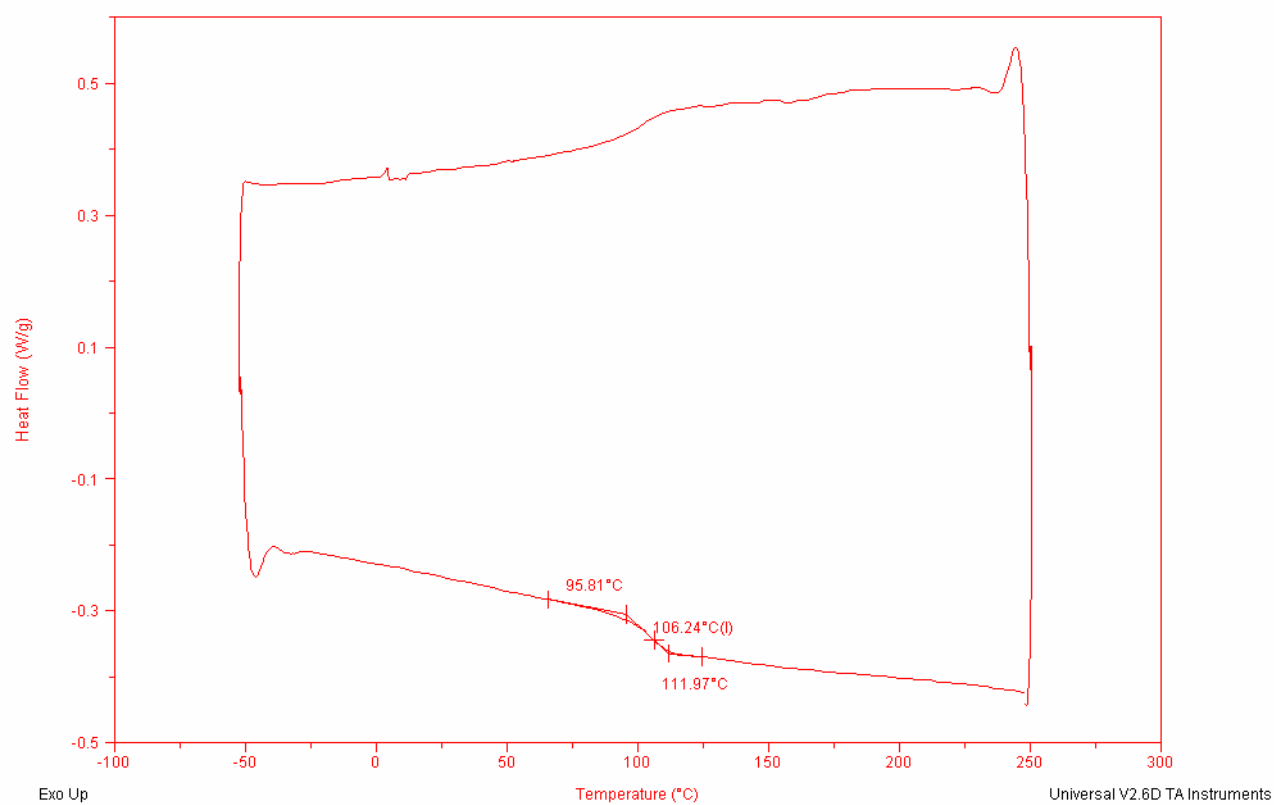
Termograma de DSC utilizado para determinação da Tg de amostra 1 (CP1) do grupo 1.



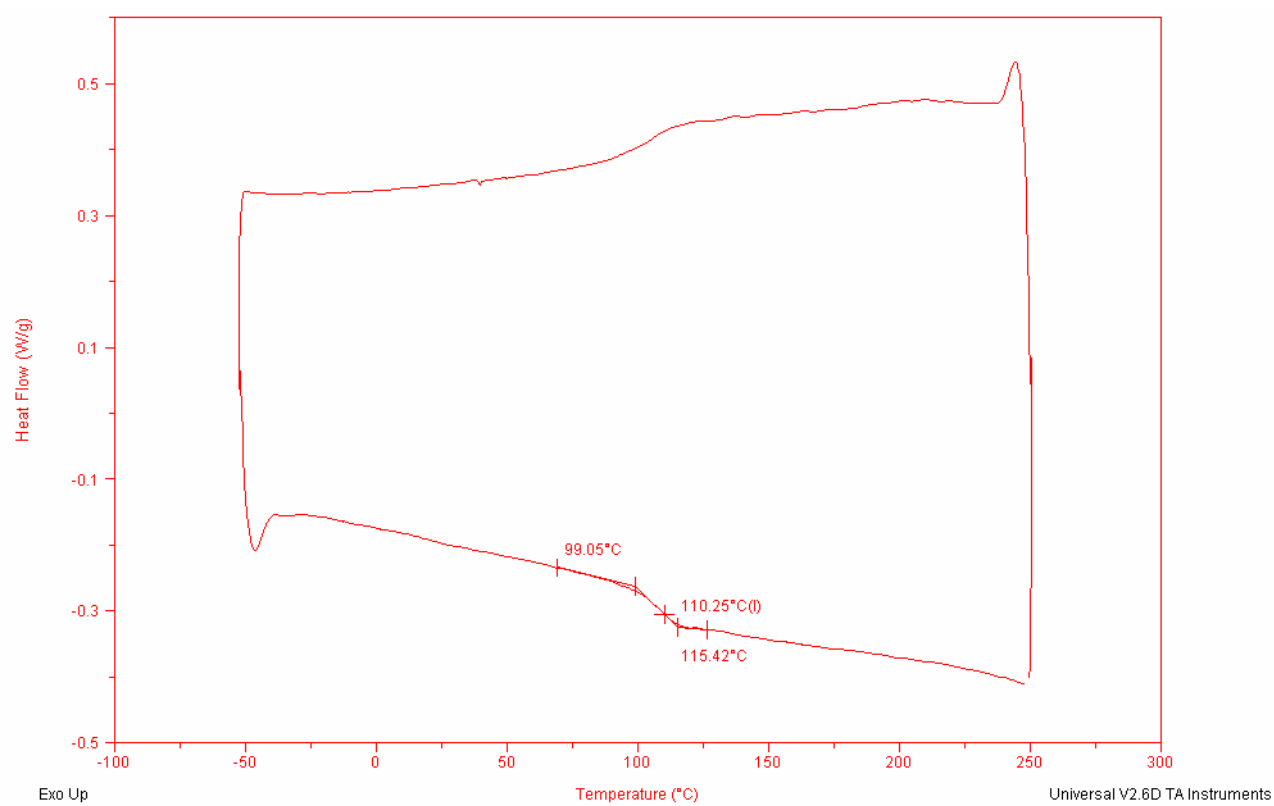
Termograma de DSC utilizado para determinação da Tg de amostra 2 (CP2) do grupo 1.



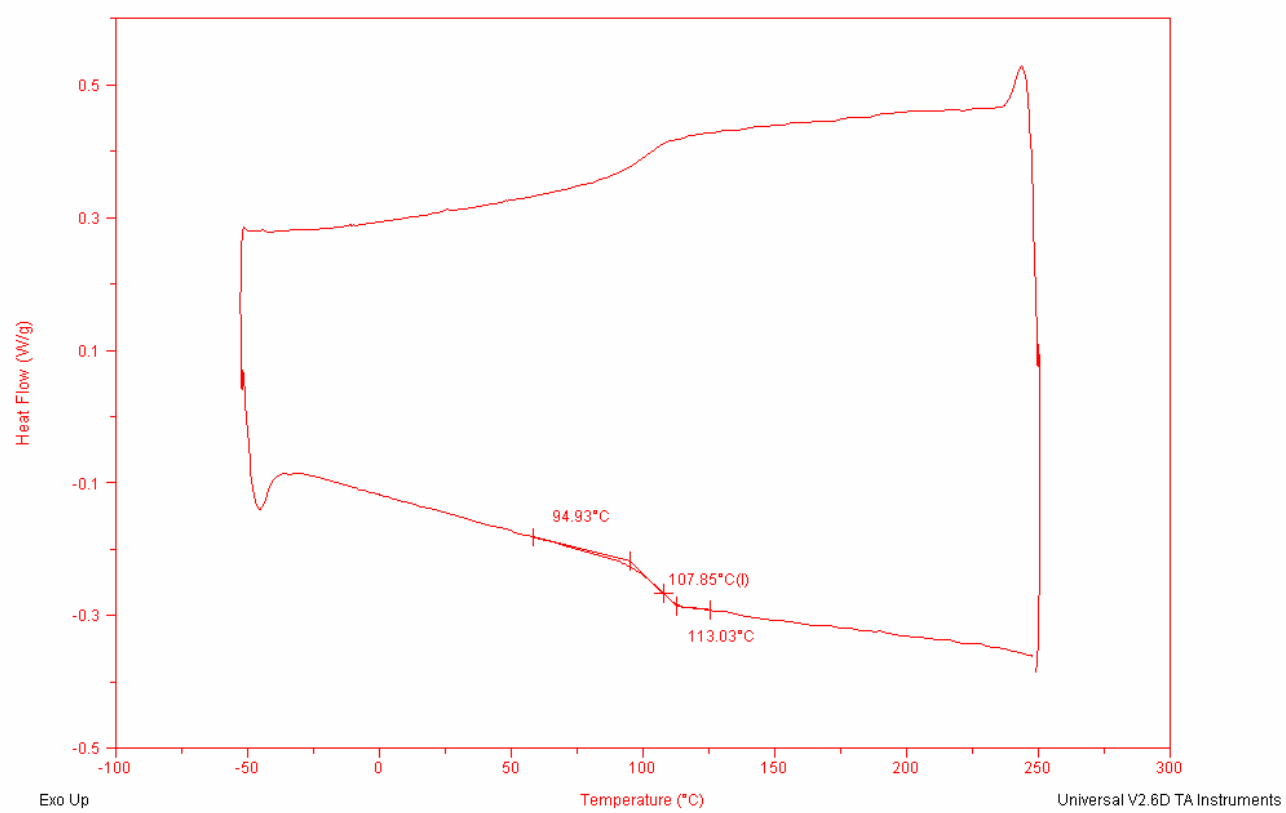
Termograma de DSC utilizado para determinação da Tg de amostra 1 (CP1) do grupo 2.



Termograma de DSC utilizado para determinação da Tg de amostra 2 (CP2) do grupo 2.



Termograma de DSC utilizado para determinação da Tg de amostra 1 (CP1) do grupo 3.



Termograma de DSC utilizado para determinação da Tg de amostra 2 (CP2) do grupo 3.

ANEXO 4

Termograma de TGA, utilizado para avaliação da estabilidade térmica da resina acrílica quimicamente ativada.

