



Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

Faculdade de Odontologia de Araraquara



*José Maurício dos Santos Nunes Reis*

*Caracterização de materiais experimentais e  
comerciais para reembasamento imediato por meio da  
análise de propriedades físico-químicas e mecânicas*

Araraquara

2009



*José Maurício dos Santos Nunes Reis*

*Caracterização de materiais experimentais e  
comerciais para reembasamento imediato por meio da  
análise de propriedades físico-químicas e mecânicas*

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral – Área de Prótese, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Doutor em Reabilitação Oral – Área de prótese.

**Orientador: Prof. Dr. Carlos Eduardo Vergani**

*Araraquara*

*2009*

Reis, José Mauricio dos Santos Nunes

Caracterização de materiais experimentais e comerciais para reembasamento imediato por meio da análise de propriedades físico-químicas e mecânicas / José Maurício dos Santos Nunes Reis. – Araraquara: [s.n.], 2009.

238 f.; 30 cm.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista,  
Faculdade de Odontologia

Orientador : Prof. Dr. Carlos Eduardo Vergani

1. Reembasamento de dentadura 2. Resinas acrílicas  
3. Reembasadores de dentadura 4. Solubilidade 5. Resistência ao  
cisalhamento 6. Grau de conversão I. Título

**JOSÉ MAURÍCIO DOS SANTOS NUNES REIS**

**CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS EXPERIMENTAIS E  
COMERCIAIS PARA REEMBASAMENTO IMEDIATO POR MEIO DA  
ANÁLISE DE PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E MECÂNICAS**

**COMISSÃO JULGADORA**

**TESE PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR**

Presidente e orientador: **Prof. Dr. Carlos Eduardo Vergani**

2º Examinador: **Prof<sup>a</sup>. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia**

3º Examinador: **Prof<sup>a</sup>. Dra. Karin Hermana Neppelenbroek**

4º Examinador: **Prof. Dr. João Neudenir Ariolli Filho**

5º Examinador: **Prof<sup>a</sup>. Dra. Eunice Teresinha Giampaolo**

Araraquara, 03 de julho de 2009.

# DADOS CURRICULARES

*José Maurício dos Santos Nunes Reis*

**Nascimento:** 07/06/1980 - Marília - SP

**Filiação:** Luiz Fernando Reis

Ana Laura dos Santos Nunes Reis

**1999-2002:** Curso de Graduação na Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

**2002-2003:** Curso de aperfeiçoamento em Reabilitação Oral pela Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia - FAEPO.

**2003-2005:** Curso de Pós-Graduação em Odontologia, nível mestrado - Reabilitação Oral (Área de Prótese), na Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

**2005-2009:** Curso de Pós-Graduação em Odontologia, nível doutorado - Reabilitação Oral (Área de Prótese), na Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

**2008-2009:** Professor substituto da disciplina de Prótese Parcial Fixa da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

# Dedicatória

*Aos meus "anjos" vovô Fernando e tio Nê*



07/03/1930 - 25/08/2007



13/01/1968 - 13/01/2007

*Amaram a todos e, acima de tudo, a vida que Deus os concedeu. Agradeço ao Senhor, meu Pai, por ter me permitido compartilhar momentos inesquecíveis, ensinamentos e conselhos com esses exemplos de vida!!! SAUDADE...*

*"Quando penso em vocês / Fecho os olhos de saudade... São as águas de março fechando o verão / É promessa de vida em nosso coração..."*

*(Fagner / Cecília Meirelles)*

# Dedicatória

*Aos meus pais Luiz Fernando Reis e  
Ana Laura dos Santos Nunes Reis,  
ao meu irmão Fernando Reis Neto e  
à minha amada Érica Gouveia Jorge,  
Dedico este trabalho.*

*Agradeço aos meus pais os ensinamentos  
mais importantes da minha vida, o apoio incondicional, a  
harmonia e o amor permutados. Vocês são símbolo da  
força de vontade, da persistência, do amor, da  
esperança e do trabalho. Obrigado por sempre estarem  
presentes. Amo muito vocês. Minha eterna gratidão!*

# Agradecimento Especial

*Ao Prof. Dr. Carlos Eduardo Vergani*

*Pela orientação e amizade,*

*pelos ensinamentos,*

*exemplos de ética e profissionalismo*

*e, acima de tudo, pelo estímulo, compreensão,*

*confiança e respeito sempre depositados.*

*Sinceros Agradecimentos!*

*"Se eu não fosse imperador, desejaria ser professor. Não conheço missão maior e mais nobre que a de dirigir as inteligências jovens e preparar os homens do futuro." (D. Pedro II)*

# Agradecimento Especial

À minha amada Érica

Pelo amor, amizade, carinho, compreensão,  
confiança e imensa paciência nos momentos difíceis.  
Agradeço a Deus por cruzar nossos caminhos e me  
permitir aprender e amadurecer a cada dia ao seu  
lado. Desculpe pelos momentos ausentes.

Te amo muito!!!

Minha eterna gratidão!!!

Sonho que se sonha só;  
É só um sonho que se sonha só;  
Mas sonho que se sonha junto;  
É realidade.

(Raul Seixas)

# Agradecimentos Especiais

Às minhas avós Rute e Lena  
Pelo valioso exemplo de vida,  
grande incentivo e pelos momentos  
maravilhosos que sempre compartilhamos.

Ao meu “avôdrasto” José Carlos  
Pela amizade e carinho e pela confecção  
da maioria das matrizes utilizadas no  
presente trabalho. Muito Obrigado!

A todos os meus familiares  
Por sempre acreditarem em mim, pelo valioso  
incentivo, harmonia e amor permutados

Ao meu sogro Eurico, minha sogra Sônia e meus  
cunhados Andréa e Danilo pelo amor  
e carinho concedidos.

# Agradecimentos Especiais

*Ao Prof. Dr. Sebastião Vicente Canevarolo Júnior,  
do departamento de engenharia de materiais,  
da Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR)  
Pela grande contribuição na realização deste trabalho,  
orientação e disponibilidade. Sinceros agradecimentos!*

*Ao engenheiro químico e amigo Jörg Erxleben  
Pela amizade, educação e enorme dedicação e  
disponibilidade no desenvolvimento das resinas  
experimentais. Sinceros agradecimentos!*

*Aos Professores Drs. José Cláudio M. Segalla,  
Jvan R. de Faria, Regina H. B. T. da Silva e Ligia  
P. A. Pinelli, da disciplina de Prótese Parcial Fixa  
Pelos ensinamentos, respeito, acolhimento, amizade,  
confiança e por tornar real um sonho da minha vida.  
Muito Obrigado do fundo do coração!*

*Às Professoras Dras. Ana Lucia Machado,  
Eunice T. Giampaolo e Ana Cláudia Pavarina  
pelos ensinamentos, oportunidades,  
amizade e respeito.  
Muito Obrigado!*

# Agradecimentos

Aos professores e funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese pela amizade, compreensão, incentivo, carinho e solidariedade incondicionais.

A todos os meus amigos de Pós-graduação, em especial aos "paus pra toda obra" Zeca, Mineiro, Marcelo, Mariana, Matheus, Alessandro, Ewerton, Michael, Rosângela, Karin, Vanessa, Raphael, João Nelore, Luciano, Fabiano, Carlos Eduardo ("Cadu"), Antônio e Norberto. Obrigado pelo incentivo e carinho, pela companhia e apoio incondicional. Vocês moram em meu coração.

Aos grandes amigos Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho e Profa. Dra. Juliane M. G. Tanomaru. Muito obrigado pela sincera e profunda amizade, pelos conselhos morais, profissionais e constante companhia.

Aos amigos de longa data **Silvana e Cristian, Gustavo, Rodrigo Nanini, Fábio e Simone, Natália, Murilo e Érica**. Muito obrigado pela amizade sincera.

A todos os amigos e alunos da Faculdade de Odontologia de Araraquara, em especial ao aluno de iniciação científica **Bruno**.

A todos os amigos e alunos do curso de especialização em prótese dentária da FAEPO, em especial à **Silvinha** pela amizade, receptividade, dedicação, competência e imenso carinho.

Aos funcionários da Biblioteca e da seção de Pós-Graduação, pela amizade, receptividade, orientação e disponibilidade. Não há tempo ruim pra vocês!!!

À empresa VIPI, em especial aos amigos Jörg, Milton, Rony e Marisa, pelo incentivo, colaboração, respeito, amizade e dedicação no desenvolvimento das resinas experimentais. Sem vocês essa tese não seria viável!

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo auxílio financeiro concedido durante todo o curso.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", em nome do digníssimo diretor e grande amigo José Cláudio Martins Segalla (o "Caco"), por minha formação profissional e moral e pela oportunidade de realizar o curso de Pós-Graduação em nível de Mestrado e Doutorado.

A todos aqueles que de alguma forma colaboraram com a realização deste trabalho.

# Sumário

Resumo -----	14
Abstract -----	17
1 Introdução -----	20
2 Proposição -----	25
3 Revisão da Literatura -----	27
4 Material e Método -----	123
5 Resultado -----	171
6 Discussão -----	186
7 Conclusão -----	211
8 Referências -----	213
9 Apêndice -----	227

# Resumo

---

Reis JMSN. Caracterização de materiais experimentais e comerciais para reembasamento imediato por meio da análise de propriedades físico-químicas e mecânicas. [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2009.

### **Resumo**

Este estudo avaliou o comportamento exotérmico de 5 resinas rígidas para reembasamento imediato, duas experimentais (E1 e E2) à base de agentes de ligação cruzada (etileno glicol dimetacrilato e 1,4-butanediol dimetacrilato) e três comerciais (Kooliner-K, New Truliner-NT, Tokuyama Rebase II-TR II), bem como o grau de conversão (*GC*), a sorção (*Sor*) e a solubilidade (*Sol*) em água, a contração linear de polimerização (*CLP*), as propriedades viscoelásticas e a resistência à flexão desses materiais e de uma resina para base de prótese (Lucitone 550-L). Foi avaliada, ainda, a resistência de união (*RU*) entre os reembasadores e a resina de base. O comportamento exotérmico foi avaliado (n=4) com termopar tipo K inserido no interior das resinas, em matriz circular (60 x 2,0 mm), e mantido até a polimerização. O *GC* (%) foi avaliado (n=5) por espectroscopia de infravermelho por transformadas de Fourier (32 leituras; resolução 4,0 cm<sup>-1</sup>). A *Sor* e a *Sol* (µg/mm<sup>3</sup>) foram mensuradas (n=5) seguindo as recomendações da ISO 1567. A *CLP* (%) foi avaliada (n=10), em projetor de perfil (Nikon 6C), em corpos-de-prova circulares (50 x 0,5 mm). Para avaliar as propriedades viscoelásticas, corpos-de-prova (40 x 10 x 3,3 mm) foram submetidos (n=2) à análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) em diferentes intervalos de temperatura (ciclos). O módulo de armazenamento (*E'*) e o amortecimento mecânico (*tan δ*) a 37°C foram registrados durante o primeiro e último ciclo da DMTA. A temperatura de transição vítrea (*Tg*) foi mensurada somente no último ciclo da DMTA. Os ensaios mecânicos de flexão (0,5 mm/min) foram realizados (n=10) em corpos-de-prova (64 x 10 x 3,3 mm) intactos ou reembasados e a resistência (MPa) calculada na tensão máxima (*RFM*) e no limite de

proporcionalidade (*RFLP*). Para avaliar a *RU* (MPa) entre os materiais, 60 cilindros (20 x 20 mm) da resina L foram processados, reembasados (3,5 x 5,0 mm) e submetidos ao teste de cisalhamento (0,5 mm/min). Os dados foram avaliados por ANOVA e Tukey HSD ( $\alpha=0,05$ ). K e NT produziram pico de temperatura semelhante a TR II e superior a E1 e E2. E1, E2 e TR II apresentaram o menor tempo até o pico de temperatura. NT exibiu o maior *GC*, seguido por TR II e L. E2 produziu *GC* semelhante a K e superior a E1. TR II, E1 e E2 apresentaram *Sor* superior a K e inferior a L e NT. Não houve diferença na *Sol* de E1, E2, K e L. E1, E2 e TR II apresentaram menor *CLP* do que L e NT. Não houve diferença no *E'* e  $\tan \delta$  de E1, E2 e TR II. No último ciclo de DMTA, L produziu *E'* semelhante a E1, E2 e K e superior a NT e TR II. L apresentou a maior *Tg*. K produziu *Tg* inferior a TR II e superior a E1, E2 e NT. Os maiores valores de *RFM* e *RFLP* foram produzidos por L. TR II, E1 e E2 exibiram *RFM* e *RFLP* superior a K e NT. O reembasamento imediato reduziu a *RFM* e a *RFLP* da resina L. L-TR II, L-E1 e L-E2 produziram *RFM* e *RFLP* semelhante a L-K e superior a L-NT. L-E1, L-E2 e L-TR II apresentaram *RU* inferior a L-L e superior a L-K e L-NT. Os materiais experimentais produziram resultados satisfatórios para utilização como reembasadores rígidos imediatos. Todos os materiais reembasadores apresentaram exotermia aceitável para utilização clínica. Com exceção de NT e TR II, as demais resinas produziram *GC* inferior à resina de base L. Todos os materiais apresentaram *Sor* e *Sol* inferior ao limite estipulado pela ISO 1567. L e NT produziram os maiores valores de *CLP*. De forma geral, L, TR II, E1 e E2 exibiram maior rigidez e menor viscoelasticidade em comparação a K e NT. As resinas para reembasamento produziram *RFM* e *RFLP* inferior à resina L. O reembasamento mediato (L-L) produziu os maiores valores de *RFM*, *RFLP* e *RU*.

Palavras-chave: Reembasamento de dentadura, resinas acrílicas, reembasadores de dentadura, solubilidade, resistência ao cisalhamento, grau de conversão.

# Abstract

---

Reis JMSN. Characterization of experimental and commercially available chairside relining resins by physical-mechanical and chemical properties. [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2009.

### ***Abstract***

This study evaluated the exothermic behavior, degree of conversion (*DC*), water sorption (*WSor*), water solubility (*WSol*), linear polymerization shrinkage (*LPS*), viscoelastic properties and flexural strength of 5 hard chairside relining resins, two experimental (E1 and E2) based on crosslinking agents (ethylene glycol dimethacrylate and 1,4-butanediol dimethacrylate) and three commercially available (Kooliner-K, New Truliner-NT and Tokuyama Rebase II-TR II), and one heat-polymerized denture base resin (Lucitone 550-L). The shear bond strength (*SBS*) between the denture base resin and the relining materials was also evaluated. The exothermic behavior of circular specimens (60 x 2.0 mm) during polymerization was assessed (n=4) using a type K thermocouple. The *DC* (%) was measured (n=5) by Fourier Transformed infrared-attenuated total reflectance (FTIR-ATR) spectroscopy (32 scans; resolution of 4.0 cm<sup>-1</sup>). *WSor* and *WSol* (µg/mm<sup>3</sup>) were determined (n=5) according to the recommendation stated in ISO 1567. The *LPS* (%) was measured (n=10) in circular specimens (50 x 0.5 mm) using a profilometer (Nikon 6C). The viscoelastic properties of the specimens (40 x 10 x 3.3 mm) were evaluated (n=2) by dynamical-mechanical thermal analysis (DMTA) under different temperature ranges (runs). Values of storage modulus (*E'*) and loss tangent (*tan δ*) at 37°C were obtained from the first and last runs. The glass transition temperature (*Tg*) was only measured from the last run. Ultimate flexural strength (*UFS* - MPa) and flexural strength at the proportional limit (*FSPL* - MPa) were determined (n=10) by three-point test (0.5 mm/min) using intact and relined specimens (64 x 10 x 3.3 mm). To evaluate the *SBS* between the materials, 60 cylinders (20 x 20 mm) of the denture base resin L were

processed, relined (3.5 x 5.0 mm) and submitted to shear testing (0.5 mm/min). Data were analyzed by ANOVA and Tukey HSD tests ( $\alpha=0.05$ ). K and NT produced similar peak temperature to TR II and higher than E1 and E2. E1, E2 and TR II showed the lowest time to peak temperature. NT produced the highest *DC*, followed by TR II and L. The *DC* of E2 was similar to that of K and higher to that of E1. TR II, E1 and E2 presented higher *WSor* than K and lower than L and NT. No significant differences were found among the *WSol* of E1, E2, K and L. E1, E2 and TR II produced lower *LPS* than L and NT. No significant differences were found on the *E'* and  $\tan \delta$  of E1, E2 and TR II. From the last run of DMTA, L showed similar *E'* to E1, E2 and K and higher than NT and TR II. The highest *Tg* was produced by L. K produced lower *Tg* than TR II and higher than E1, E2 and NT. The highest *UFS* and *FSPL* mean values were produced by the denture base resin L. TR II, E1 and E2 showed higher *UFS* and *FSPL* than K and NT. The *UFS* and *FSPL* of the denture base resin L were reduced after relining with the autopolymerizing resins. L-TR II, L-E1 and L-E2 combinations produced similar *UFS* and *FSPL* to L-K and higher than L-NT. L-E1, L-E2 and L-TR II showed lower *SBS* than L-L and higher than L-K and L-NT. The experimental resins produced acceptable properties for direct use as chairside relining materials. The reline materials presented suitable peak temperature to use in the oral cavity. With the exception of NT and TR II, the reline resins produced lower *DC* than the denture base resin L. All materials showed *WSor* and *WSol* within the limit stated by ISO 1567. L and NT produced the highest *LPS* after polymerization. Overall, the stiffness of L, TR II, E1 and E2 was higher than those of K and NT. The reline resins presented lower *UFS* and *FSPL* than the resin L. The highest *UFS*, *FSPL* and *SBS* were produced by the laboratory processed relined specimens (L-L).

Keywords: Denture rebasing, acrylic resins, denture liners, solubility, shear strength, degree of conversion.

# Introdução

---

## ***1 Introdução***

Devido à reabsorção óssea do rebordo alveolar, que é um processo progressivo e natural, frequentemente se observam desajustes entre as bases das próteses removíveis e seus tecidos de suporte. Nesses casos, os profissionais devem realizar procedimentos de reembasamento, com o objetivo de readaptar as bases das próteses aos tecidos da área de suporte<sup>10</sup>. Esse procedimento pode ser realizado por meio de reembasamento mediato ou imediato. O reembasamento mediato, além de ser mais dispendioso, necessita que o paciente fique sem sua prótese durante os procedimentos de prensagem e polimerização da resina termicamente ativada<sup>25</sup>. O reembasamento imediato, por sua vez, compreende procedimentos clínicos simples e rápidos, realizados diretamente na cavidade bucal com resinas quimicamente ativadas rígidas<sup>32</sup>, consideradas por seus fabricantes como materiais definitivos.

Inicialmente, as resinas para reembasamento imediato eram compostas somente pela junção de moléculas múltiplas de metil metacrilato. Esses materiais apresentavam propriedades inferiores às resinas termicamente ativadas para base de prótese, como alta porosidade<sup>54,102</sup>, baixa resistência mecânica<sup>15,41,100</sup>, estabilidade de cor deficiente<sup>16</sup>, alta exotermia durante polimerização<sup>16,69,102</sup>, além de potencial alergênico relacionado à presença de monômero residual<sup>18,58,78,88</sup>. Em função dessas deficiências, novas formulações foram desenvolvidas com polímeros e monômeros alternativos, resultando em reembasadores rígidos com

melhores propriedades físico-químicas<sup>89,74</sup>, mecânicas<sup>6,11,12,44,50,83,84,95</sup> e biológicas<sup>58,77</sup>.

Os novos polímeros para reembasamento imediato têm produzido propriedades mais próximas àquelas das resinas para base de prótese<sup>4,11,54,74,83,86,88,89,95</sup>. Esses materiais apresentam, geralmente, pó composto de polietil metacrilato e líquido composto por monômeros monofuncionais, difuncionais ou associação entre eles<sup>6,88</sup>. Entre os monômeros monofuncionais, pode-se citar o butil metacrilato, isobutil metacrilato, 2-hidroxietil metacrilato,  $\beta$ -metacrilóil oxietil propionato e 2-(acetoacetoxi) etil metacrilato<sup>6,88,89</sup>. Estudos<sup>6,65,72,89,95</sup> têm verificado que os materiais compostos somente por esse tipo de monômero apresentam propriedades físico-químicas e mecânicas inferiores àqueles em que há uma associação com monômeros difuncionais. Esses resultados têm sido associados, principalmente, à ação plastificante do monômero residual, presente em maior quantidade nas resinas compostas por monômeros monofuncionais<sup>6,88,89</sup>. Dessa forma, monômeros difuncionais como o 1,4-butanodiol dimetacrilato, 1,6-hexanodiol dimetacrilato e 1,9-nonanodiol dimetacrilato têm sido utilizados em associação aos monofuncionais<sup>6,72-74,89</sup>, resultando em materiais com menor conteúdo de monômero residual<sup>88</sup>, baixa sorção e solubilidade em água<sup>6,74</sup>, pequena alteração dimensional linear<sup>29</sup> e maior dureza superficial<sup>89</sup> e resistência mecânica<sup>4,20,65,71,72,79,95</sup>.

Apesar dos avanços descritos anteriormente, tem sido observado que reembasamento imediato pode comprometer as propriedades mecânicas dos materiais<sup>27,65,74,78,79,89</sup>, diminuindo a resistência de bases de prótese<sup>74</sup> e corpos-de-

prova reembasados<sup>4,65,83,84,86</sup>. Dessa forma, ainda é necessário que as propriedades dos materiais reembasadores sejam melhoradas, com o objetivo de aumentar a longevidade das próteses reembasadas<sup>32,45</sup>. Os agentes de ligação cruzada têm sido comumente utilizados para tal finalidade. A adição desses componentes químicos tem produzido materiais com propriedades físico-químicas e mecânicas bem próximas àquelas das resinas de base, incluindo sorção e solubilidade em água<sup>74</sup>, resistência à flexão<sup>56,72,95</sup>, dureza<sup>72</sup> e estabilidade dimensional<sup>29</sup>. Além disso, foi verificado<sup>6,8</sup> que algumas propriedades desses materiais são melhoradas com o aumento na concentração de dimetacrilatos. Recentemente, Seo et al.<sup>74</sup> observaram que a resistência à fratura de uma resina termicamente ativada para base de prótese não foi comprometida após reembasamento com duas resinas para reembasamento imediato com alta concentração de agentes de ligação cruzada. Por outro lado, embora os monômeros difuncionais venham sendo comumente utilizados para melhorar as propriedades dos reembasadores, não foi encontrado na literatura informações sobre as propriedades de polímeros em que o monômero é composto quase que exclusivamente por agentes de ligação cruzada. Dessa forma, seria oportuno avaliar polímeros com alta concentração de agentes de ligação cruzada, com a finalidade de produzir reembasadores imediatos com propriedades mais próximas àquelas das resinas para base de prótese.

Dentre as propriedades físico-químicas e mecânicas utilizadas para caracterizar polímeros, destacam-se a análise exotérmica durante polimerização<sup>16,40,69,102</sup>, o grau de conversão polimérico<sup>88</sup>, a sorção e solubilidade em água<sup>74</sup>, a estabilidade dimensional linear<sup>29,44</sup>, a resistência à flexão<sup>4,65,83-86,95</sup> e

a resistência de união<sup>11,53,81,82,96</sup>. Além disso, a análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) tem demonstrado ser um dos métodos mais sensíveis para caracterizar propriedades viscoelásticas de materiais poliméricos<sup>19,23,34,59,99</sup>.

Com base nas informações descritas anteriormente, julgou-se oportuno avaliar o potencial de reembasadores rígidos e de polímeros experimentais, com alta concentração de agentes de ligação cruzada, em ser utilizados como materiais reembasadores imediatos. Para isso, duas resinas quimicamente ativadas à base dos agentes de ligação cruzada etileno glicol dimetacrilato e 1,4-butanodiol dimetacrilato, comumente utilizados nas áreas biológicas, médicas e farmacêuticas<sup>6,8,68,90</sup>, foram desenvolvidas e suas propriedades caracterizadas por meio de testes físico-químicos e mecânicos.

# Proposição

---

## *2 Proposição*

O objetivo deste estudo foi caracterizar o comportamento exotérmico de cinco resinas rígidas para reembasamento imediato, duas experimentais, com alta concentração de agentes de ligação cruzada, e três comercialmente disponíveis. Além disso, foram avaliados o grau de conversão, a sorção e a solubilidade em água, a contração linear de polimerização, as propriedades viscoelásticas ( $E'$ ,  $\tan \delta$  e  $T_g$ ) e a resistência à flexão desses materiais e de uma resina para base de prótese. Foi avaliada, ainda, a resistência de união entre os materiais reembasadores e a resina de base.

# Revisão da Literatura

---

### ***3 Revisão da Literatura***

Woelfel et al.<sup>100</sup>, em 1960, avaliaram a precisão de adaptação de 186 próteses (73 clínicas e 113 de laboratório) confeccionadas com vários tipos de resina e diferentes técnicas de processamento. A precisão da adaptação das próteses foi determinada por: 1- comparação da posição do pino incisal de um articulador Hanau, antes e após a polimerização das próteses; 2- avaliação da contração de molar a molar entre o modelo encerado e a prótese após o polimento; 3- exame de secções transversais de próteses posicionadas sobre os modelos de gesso; 4- comparação da adaptação das próteses polidas com a distorção de molar a molar e de rebordo a rebordo e 5- observação das próteses na cavidade bucal. As próteses foram confeccionadas a partir de oito tipos diferentes de resina acrílica, um poliestireno, um copolímero de vinil acrílico, uma resina epóxica e um material à base de borracha rígida. Quatro próteses totais para os testes em laboratório (superior e inferior, fina e espessa) e 8 próteses clínicas convencionais foram confeccionadas para cada material estudado. As alterações nos relacionamentos oclusais, evidenciadas pelo aumento da altura do pino incisal antes e após o processamento, variaram de 0 a 1,49 mm. Os resultados revelaram que as resinas e os métodos especiais de processamento não resultaram em melhor precisão na reprodução das relações interoclusais em comparação ao método convencional de processamento. As alterações de molar a molar foram mensuradas por meio de microscópio nas seguintes condições: 1-prótese encerada no modelo de gesso; 2- prótese em cera incluída em mufla; 3- prótese removida

do modelo em que foi polimerizada; 5- após a prótese ter sido polida e armazenada em água por um dia. A contração média de molar a molar nas próteses laboratoriais finas para todos os materiais foi, aproximadamente, duas vezes maior que nas próteses espessas. Provavelmente as próteses mais espessas foram rígidas o suficiente para prevenir a liberação das tensões quando as próteses polimerizadas foram removidas dos modelos. As alterações nas próteses clínicas seguiram, em geral, o mesmo padrão das próteses laboratoriais. A maior contração de molar a molar ocorreu quando as próteses polimerizadas foram removidas do modelo de gesso. Isso ocorre, aparentemente, pela liberação de tensões produzidas devido à maior contração da resina em relação ao modelo de gesso durante o resfriamento. Os materiais processados em temperaturas mais baixas apresentaram, em geral, menor contração de molar a molar quando as próteses foram removidas dos modelos. A contração observada durante essa remoção foi de 0,2% para as resinas epóxica e quimicamente ativada, enquanto para os demais materiais variou de 0,3 a 0,5%. Essas alterações na distância de molar a molar para os diferentes materiais não foram significantes clinicamente, tendo em vista que não puderam ser detectadas pelo paciente ou pelo profissional durante a inserção das próteses.

A absorção de água pelas resinas acrílicas segue, de acordo com Braden<sup>14</sup> em 1964, princípios matemáticos de difusão. Desse modo, são necessários dois parâmetros físicos para se definir o processo de absorção de água: coeficiente de difusão e equilíbrio de concentração. O coeficiente de difusão

relaciona-se ao tempo necessário para saturar uma amostra, sendo, portanto, uma propriedade física de grande importância. A temperatura apresenta um efeito significativo no coeficiente de difusão, pois o tempo necessário para saturar uma amostra irá depender diretamente da temperatura do meio. Por outro lado, a temperatura não altera o equilíbrio de concentração. Levando em consideração que o processo de absorção de água segue princípios matemáticos de difusão, o tempo necessário para saturar uma amostra pode ser previsto. Esse tempo parece ser muito superior que o utilizado na prática. De acordo com o autor, a imersão de um provisório em água durante 48 h seria insuficiente para saturá-lo, principalmente se a água estivesse fria. Além disso, a relação entre o período de tempo necessário para saturação e a espessura das amostras também deve ser considerada.

De acordo com Douglas, Bates<sup>27</sup>, em 1978, o alto conteúdo de monômero residual exerce efeito negativo sobre as propriedades mecânicas das resinas acrílicas. Esses autores avaliaram o conteúdo de monômero residual de resinas quimicamente ativadas (Pour-n-Cure, Pronto II XL, Swe Flow, Palacast, Duraflow, Trupour, Castdon e Major F.R.) e de uma resina termicamente ativada (Kallodent 60), à base de polimetil metacrilato, por meio da utilização de cromatografia a gás e espectrofotometria de infravermelho. Os resultados demonstraram que as resinas quimicamente ativadas apresentam maior conteúdo de monômero residual em relação à resina termicamente ativada. Porém, foi observada uma redução de 21% no conteúdo de monômero residual após 24 h de

armazenagem em água, independentemente do tipo de resina acrílica. De acordo com esses autores, a armazenagem em água permite a difusão de monômero residual e a absorção de moléculas de água para o interior da massa polimérica das resinas. Os autores sugerem, ainda, que, quanto maior a concentração inicial de monômero residual, maior será a absorção de água e, desse modo, a variação no conteúdo de monômero residual de cada resina estaria diretamente relacionada à proporção pó-líquido e a cinética de polimerização dos diferentes ciclos de polimerização.

O objetivo do estudo de Jagger<sup>38</sup>, em 1978, foi avaliar o efeito de quatro diferentes ciclos de polimerização sobre o nível de monômero residual, resistência à tração, dureza, viscosidade e absorção de água de uma resina acrílica termicamente ativada. Os resultados evidenciaram que o aumento rápido da temperatura no ciclo em que a resina era polimerizada por uma hora a 100°C, com consequente elevada decomposição inicial do peróxido de benzoíla, promoveu um polímero com grande número de cadeias, porém com baixo peso molecular. Apesar disso, os valores de peso molecular observados nos quatro ciclos foram considerados satisfatórios. Dessa forma, as variações observadas em relação às propriedades de dureza e resistência à tração foram relacionadas com a presença de monômero residual que, segundo os autores, causa efeito plastificante na resina, reduzindo as forças intermoleculares e permitindo maior deformação do polímero sob ação de forças. Foi observado, ainda, que a conversão de monômero em polímero é altamente favorecida pelo aumento da temperatura final de

polimerização de 70 para 100°C. Assim, o autor sugere que as resinas termicamente ativadas sejam polimerizadas por 7 h a 70°C, sendo, a seguir, submetidas a 100°C por uma hora. A baixa temperatura inicial previne a incidência de porosidade, além de proporcionar um alto peso molecular. O período final a 100°C permite a redução rápida de monômero residual.

Ruyter, Svendsen<sup>68</sup>, em 1980, compararam o comportamento mecânico de resinas acrílicas termicamente e quimicamente ativadas, por meio de ensaios de resistência à flexão, avaliando, ainda, os efeitos de diferentes condições de temperatura e umidade durante os ensaios. Os corpos-de-prova foram testados a seco ou sob imersão em banho de água, variando a temperatura da água. A influência de agentes de ligação cruzada sobre as propriedades de resistência à flexão dos materiais foi, também, avaliada. Os resultados desse estudo demonstraram que, para as resinas termicamente ativadas, não houve diferença significativa entre a resistência à flexão exibida pelos materiais que apresentavam o agente de ligação cruzada etileno glicol dimetacrilato (EGDMA) e aqueles compostos por 1,4 butanediol dimetacrilato (1,4-BDMA). Segundo os autores, a presença de agentes de ligação cruzada promove, após a polimerização, a presença de grupos pendentes de metacrilato que apresentam efeito plastificante sobre os materiais. Tendo em vista que o aumento da temperatura de polimerização proporciona maior grau de conversão do monômero em polímero, as resinas termicamente ativadas provavelmente exibiram menores níveis de grupos pendentes de metacrilato, reduzindo seu efeito sobre a resistência flexural dos

materiais. Entretanto, as resinas quimicamente ativadas que apresentavam 1,4-BDMA produziram resistência à flexão superior à observada para os materiais contendo EGDMA. Segundo os autores, no agente de ligação cruzada 1,4-BDMA, os grupos metacrilato apresentam-se mais distantes entre si em comparação com o EGDMA, tornando-os mais reativos. Assim, nas resinas acrílicas compostas por 1,4-BDMA, um menor nível de grupos pendentes de metacrilato deve ter ocorrido, resultando em menor efeito plastificante durante os testes de resistência à flexão. Foi observado, ainda, que as resinas produziram propriedades flexurais inferiores quando os testes de resistência à flexão foram realizados com os corpos-de-prova imersos em água, particularmente em temperaturas mais elevadas.

Em 1980, Stafford et al.<sup>79</sup>, avaliaram propriedades físicas e mecânicas de cinco resinas acrílicas de alta resistência ao impacto, comparando-as com uma resina termicamente ativada convencional, uma resina ativada quimicamente e uma resina fluida. Foram observadas mínimas variações entre as propriedades mecânicas desses materiais. Apesar de todas as resinas apresentarem módulos de elasticidade semelhantes, a deflexão das resinas ativadas quimicamente foi menor do que àquela produzida pelas termicamente ativadas, ocorrendo fratura antes que uma força de 50 N pudesse ser aplicada. A presença do agente de ligação cruzada etileno glicol dimetacrilato (EGDMA) nas resinas termicamente ativadas promoveu maior resistência à propagação de trincas durante os testes, além de maior rigidez dos materiais. Segundo os autores, a inclusão de agentes de ligação cruzada nas resinas quimicamente ativadas seria

benéfica pelo fato desses materiais terem apresentado os maiores níveis de monômero residual, que promove efeito plastificante nos materiais. Além disso, quanto maiores as temperaturas de polimerização, menores foram os níveis de monômero residual observados, indicando que os ciclos de polimerização deveriam incluir o aquecimento da resina a 100°C.

Ruyter, Øysaed<sup>67</sup>, em 1982, realizaram um estudo com o objetivo de determinar os monômeros residuais presentes em resinas termicamente ativadas, quimicamente ativadas e fluidas. Após a confecção dos corpos-de-prova (50 x 1,0 mm), a mensuração da quantidade de monômero residual foi realizada por meio da utilização de cromatografia líquida de alta eficiência. As resinas termicamente ativadas exibiram os menores níveis de monômero residual. Segundo os autores, o tempo de polimerização das resinas ativadas termicamente, entre 30 a 45 min, possibilita a penetração do monômero metil metacrilato e do agente de ligação cruzada etileno glicol dimetacrilato no polímero, favorecendo a formação de uma rede de ligação cruzada. Entretanto, se apenas um dos dois grupos metacrilato do agente de ligação cruzada reagir, haverá presença de grupos metacrilato livres, que poderão atuar como plastificantes.

No ano seguinte, o efeito do conteúdo de monômero residual sobre as propriedades viscoelásticas de resinas acrílicas foi analisado por Inoue et al.<sup>35</sup> As resinas Acron (termicamente ativada); Repairsin (quimicamente ativada); Cast resin, Palapress, Pour-n-cure e Pronto II (fluidas) foram utilizadas neste estudo.

Além das propriedades viscoelásticas, a temperatura de transição vítrea dos materiais também foi analisada. Foi avaliado, ainda, o efeito de um tratamento térmico (100°C por uma hora) sobre as propriedades mencionadas. Cada corpo-de-prova foi pesado e armazenado em um dessecador por 3, 7 ou 14 dias a  $23 \pm 0,5^\circ\text{C}$ . Os resultados demonstraram que a quantidade de monômero residual das resinas fluídas foi 3,6 a 4,7 vezes maior em comparação à resina termicamente ativada. A porcentagem do monômero residual das resinas fluídas diminuiu com o tempo após a polimerização. Para os corpos-de-prova armazenados por 3,0 h, as porcentagens de monômero residual das resinas fluídas foram de 2,06% para a resina Pour-n-cure, 1,79% para a resina Pronto II, 1,86% para a resina Palapress e 1,57% para a resina Cast Resin. Para a resina termoativada (Acron), a porcentagem de monômero residual foi de 0,43% e para a resina quimicamente ativada (Repairsin) foi de 1,86%, após 3,0 h de armazenagem. As propriedades viscoelásticas das resinas avaliadas foram favorecidas após a polimerização complementar por uma hora a 100°C. Os resultados do tratamento térmico proposto demonstraram que os materiais testados apresentaram elevação na temperatura de transição vítrea. A porcentagem de monômero residual foi diminuída pelo aquecimento dos materiais a 100°C por uma hora (Cast resin- 1,01%, Palapress- 0,36%, Pour-n-cure- 1,57%, Pronto II- 1,64% e Repairsin- 1,08%).

O efeito do condicionamento químico de superfície sobre a resistência de resinas acrílicas reparadas foi avaliado por Shen et al.<sup>75</sup>, em 1984.

Para esse estudo, foram confeccionados corpos-de-prova retangulares (60 x 10 x 2,5 mm) a partir de duas resinas acrílicas termicamente ativadas (Permatone e Lucitone). Após acabamento, todos os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada à temperatura ambiente, por 48 h, previamente aos ensaios mecânicos. Após a realização dos ensaios mecânicos de resistência à flexão em três pontos, todas as amostras fraturadas foram retornadas em seus moldes e reparadas, padronizando-se um espaço de 2,0 mm de material reparador. Para isso, foram utilizados dois diferentes tratamentos nas superfícies de união: 1) limpeza com água destilada em ultra-som e 2) condicionamento com clorofórmio por 5,0 s. Previamente aos tratamentos, as superfícies de reparo foram regularizadas por meio da utilização de instrumento rotatório (fresa). Além disso, dois métodos de reparo foram avaliados: 1) reparos com a própria resina para base de prótese e 2) reparo com resina acrílica ativada quimicamente. As superfícies de reparo foram avaliadas por meio da utilização de microscopia eletrônica de varredura, indicando que a regularização por meio de instrumento rotatório proporcionou uma superfície saturada por debris, saliências e irregularidades. A simples limpeza com água não removeu esses debris e irregularidades superficiais, o que estaria relacionado à alta frequência de fratura na interface de reparo desses materiais. O tratamento com clorofórmio aumentou a resistência dos corpos-de-prova reparados. Por outro lado, esse aumento só foi observado após os reparos terem sido realizados com a própria resina de base. De acordo com esses autores, esse fato seria explicado pela maior penetração do monômero dos materiais de reparo, durante a inserção e prensagem das resinas termicamente ativadas, em

comparação à penetração de monômero das resinas quimicamente ativadas, que ocorre em um intervalo de tempo inferior devido à rápida reação de polimerização desses materiais.

Huggett et al.<sup>33</sup>, em 1984, avaliaram o efeito da utilização, no ciclo de polimerização, de um período final de aquecimento em água em ebulição, na estabilidade dimensional de uma resina termicamente ativada. Além disso, o efeito dos ciclos de polimerização reversa, longos e curtos, foi comparado com os dos ciclos de polimerização longos. Para esse estudo foi utilizado o pó à base de polimetil metacrilato, sem pigmento, contendo 0,26% do iniciador peróxido de benzoíla. O componente do líquido utilizado foi o metil metacrilato, com o inibidor hidroquinona (0,006%). Foi utilizado um modelo padrão metálico semelhante a um arco completamente edêntulo, com pontos de referência. Inicialmente, foi realizada uma moldagem com silicone, a partir da qual foram obtidos 40 modelos de gesso. Os modelos foram mensurados em comparador ótico Nikon com aumento de 10x e 10 bases foram confeccionadas para cada ciclo estudado: ciclo longo – 14 h a 70°C; ciclo longo com aquecimento final - 14 h a 70°C seguido de 3,0 h a 100°C; ciclo médio – água em ebulição por 20 min, 68°C por 20 min e água em ebulição por 20 min; ciclo curto - mufla inserida em água em ebulição, remoção do calor por 20 min, aquecimento até a ebulição da água e manutenção nessa temperatura por 10 min. As bases foram mensuradas 24 h após sua confecção e após armazenagem em água a 37°C por um mês, tendo sido as mensurações comparadas com os respectivos modelos. Segundo os autores, o

valor ideal de alteração dimensional é zero e quanto maior for o desvio em relação a este valor, menos adequada seria a adaptação da prótese. Os resultados foram apresentados em porcentagem de alteração nas dimensões ântero-posterior e posterior. Uma contração de 1,0% representa aproximadamente 0,5 mm na dimensão posterior. Os resultados revelaram que todos os ciclos promoveram contração na polimerização e expansão após armazenagem em água por 28 dias. Essa expansão não foi suficiente para compensar a contração prévia e todas as bases quando saturadas permaneceram menores que os modelos sobre os quais foram confeccionadas. Entretanto, pode ser visto que o percentual de contração em todas as dimensões é muito pequeno; nunca excedendo 1,0%. Então, pode ser concluído que essas alterações dimensionais não são detectáveis pelo paciente e, portanto, não possuem significado clínico.

No estudo realizado por Murphy et al.<sup>52</sup>, em 1986, quatro resinas quimicamente ativadas, indicadas para reembasamento imediato (Peripheral Seal, Total, Rebaron e Kooliner) foram comparadas com duas resinas para a confecção de bases de prótese (De Trey SOS- quimicamente ativada e Trevalon- termoativada). Foram avaliadas as composições químicas, peso molecular do pó, distribuição do tamanho das partículas de pó, temperatura de transição vítrea, energia de impacto, alteração dimensional, dureza e resistência à flexão. Segundo os resultados, com relação à composição, as resinas Peripheral Seal, Total e Kooliner apresentam pó composto de polietil metacrilato e líquido composto de butil metacrilato. Nos demais materiais, o pó é composto de polimetil metacrilato

e o líquido de metil metacrilato. Além disso, o líquido das resinas para base de prótese apresenta agente de ligação cruzada etileno glicol dimetacrilato (EGDMA). Os resultados demonstraram que todos os polímeros apresentaram peso molecular acima de  $10^5$ , considerado satisfatório pelos autores. Os materiais compostos de polietil metacrilato/ butil metacrilato produziram menores valores de resistência ao impacto, resistência à endentação e menor rigidez em comparação com os demais materiais, compostos de polimetil metacrilato/ metil metacrilato. Além disso, apesar desses materiais terem demonstrado baixa contração de polimerização inicial (0,1% a 0,3%), após armazenagem em água por 28 dias, a contração observada foi acima de 2,0%. Assim, esses autores sugerem a indicação desses materiais como materiais temporários, como nos casos de reembasamento de próteses imediatas ou correções nos limites de extensão das bases de prótese.

Ferracane, Greener<sup>28</sup>, em 1986, determinaram o efeito de diferentes formulações de resinas acrílicas sobre o grau de conversão e as propriedades mecânicas dos materiais. Para isso, a concentração do diluente, o tipo e concentração do catalisador das resinas foram variados. As resistências à tração, compressão, flexão, dureza e as propriedades dinâmico-mecânicas foram avaliadas, tendo sido os resultados correlacionados ao grau de conversão obtido por análise de infravermelho. Houve correlação significativa entre o aumento das propriedades mecânicas e o grau de conversão. O alto grau conversão foi atingido pela incorporação de alta concentração de diluente e baixa concentração de

inibidores nas resinas. As propriedades mecânicas na temperatura ambiente foram semelhantemente aumentadas com o aumento na concentração de inibidores, mas não foram aumentadas pela alta concentração de diluente. As propriedades dinâmico-mecânicas avaliadas na temperatura da cavidade bucal e em temperaturas elevadas demonstraram possíveis diferenças na qualidade da microestrutura da cadeia polimérica. O módulo de armazenamento ( $E'$ ) reduziu durante a variação da temperatura e foi menor em resinas com menor grau de conversão. A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) também foi menor em resinas com menor grau de conversão. As propriedades dinâmico-mecânicas foram diretamente correlacionadas ao grau de conversão dos polímeros avaliados.

Também em 1986, Wyatt et al.<sup>102</sup> realizaram um estudo em que foram avaliadas as alterações de temperatura e tempos de polimerização de 6 resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato (Coerect, Flexacryl, Kooliner, Perm, Total e Truliner). Corpos-de-prova (35 x 2,0 mm) foram confeccionados entre placas de vidro e um termopar foi utilizado para mensurar as alterações de temperatura durante a reação de polimerização. As mensurações foram registradas a cada minuto, até a obtenção do pico de temperatura de cada material. A média de temperatura observada foi de 57°C. De acordo com os autores, embora essa temperatura abaixe rapidamente devido à dissipação de calor, há riscos de queimaduras na mucosa bucal. O material Truliner exibiu o maior pico de temperatura (70°C). O tempo de polimerização variou entre 10 min (Truliner e Flexacryl), 15 min (Total e Coerect) e 20 min (Perm e Kooliner).

No ano seguinte, a proposta do estudo de Bunch et al.<sup>16</sup> foi avaliar a temperatura de polimerização, a estabilidade de cor e a resistência de união de cinco resinas quimicamente ativadas (Perm, Flexacryl- Hard, Self-curing Rebase Acrylic, COE-Rect e Kooliner) indicadas para reembasamento imediato. Os resultados da temperatura de polimerização dos materiais reembasadores indicaram uma variação de até 10°C entre os materiais, sendo que as temperaturas máximas de polimerização das resinas à base de polietil metacrilato foram de aproximadamente 42°C. Contudo, quando a variação da temperatura dos materiais foi avaliada no meio intrabucal, foi observada uma redução na temperatura máxima de polimerização, bem como no tempo necessário para atingi-la. Quando unida às resinas para base de prótese (Astron 77 Presspack, Lucitone, Lucitone 199 e Howmedica Pro-fit), a resina Kooliner apresentou a menor resistência de união entre todos os materiais reembasadores. Além disso, foi evidenciado que a resina Kooliner apresentou 100% de falhas adesivas quando unida a três resinas para base de prótese.

Também em 1987, Polyzois et al.<sup>62</sup> compararam a estabilidade dimensional de três resinas para bases de prótese (SR 3/60 Rapid, QC-20, Acron Rapid), idealizadas para ciclo curto de polimerização (água em ebulição por 20 ou 25 min), com uma resina de alta resistência ao impacto (SR 3/60 Plus) e outra convencional (SR 3/60 convencional), processadas com ciclo longo de polimerização (8,0 h a 70°C). Para isso, 5 próteses idênticas foram obtidas com cada material, a partir de modelos e moldes de silicone padronizados. Por meio de

paquímetro digital, mensurações foram realizadas nas bases de prótese e entre dentes artificiais após as fases de enceramento, processamento, demuflagem, e armazenagem das próteses em água a 20°C por uma semana. As alterações dimensionais observadas foram, então, calculadas em porcentagem. Os valores obtidos nas mensurações entre os sulcos vestibulares, direito e esquerdo, variaram de 0,44% (QC - 20) a 1,0% (SR 3/60). Após 1 semana em água, os valores foram de 0,44% (QC - 20) a 0,84% (SR 3/60 Rapid). Todos os materiais apresentaram expansão após armazenagem em água. As alterações na distância entre molares ao final da avaliação variaram de 0,05 mm (SR 3/60 Plus) a 0,19 mm (SR 3/60 Rapid), as quais, segundo os autores, são difíceis senão impossíveis de serem detectadas clinicamente. Os resultados permitiram verificar que todos os materiais produziram contração linear abaixo de 1,0%, considerada pelos autores como clinicamente insignificante.

Segundo Chitchumnong et al.<sup>22</sup>, em 1989, os polímeros utilizados na confecção de bases de prótese falham clinicamente devido à fadiga flexural e, portanto, testes de resistência flexural seriam os mais adequados para avaliar o comportamento de diferentes polímeros. Assim, esses autores compararam as propriedades mecânicas de resinas para bases de prótese, por meio de ensaios de resistência à flexão em três e quatro pontos. Após a imersão dos corpos-de-prova (65 x 10 x 2,5 mm) em água a 37°C por 30 dias, os ensaios foram realizados em máquina universal para testes mecânicos (5,0 mm/min). Não foi observada diferença significativa entre os valores de módulo de elasticidade produzido pelos

diferentes métodos utilizados. Porém, os testes de resistência à flexão em três pontos revelaram maiores valores de módulo de elasticidade quando comparados àqueles obtidos a partir dos testes em quatro pontos, indicando que a propriedade de resistência à flexão é mais sensível às variações em relação ao módulo de elasticidade. Segundo os autores, uma redução na proporção entre a distância do dois apoios inferiores (span) e a espessura dos corpos-de-prova seria indicada, pois a expressão da resistência à flexão é válida em deflexões baixas. Dessa forma, um aumento na espessura dos corpos-de-prova seria recomendável, diminuindo a porcentagem de erro nessas mensurações.

A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) de resinas acrílicas quimicamente e termicamente ativadas foi determinada por Huggett et al.<sup>34</sup> em 1990, por meio de calorimetria exploratória diferencial (DSC), análise termomecânica (TMA) e análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA). Cinco corpos-de-prova (60 x 11 x 2,0 mm) de cada material foram utilizados para a DMTA, por meio de tensões de flexão, frequência de 1,0 Hz, faixa de temperatura de 0 a 150°C e velocidade de 4,0°C/min. As curvas de módulo de armazenamento ( $E'$ ) e módulo de perda ( $E''$ ) foram analisadas em função da temperatura. A média da  $T_g$  dos materiais, obtidas pelos diferentes testes realizados foi comparada. O teste de DMTA detectou dois picos de temperatura para um material termicamente ativado, enquanto TMA e DSC detectaram somente um. A média do maior pico de  $T_g$  variou entre 97 a 130°C. Os autores concluíram que as técnicas de TMA e DMTA utilizadas apresentaram valores de  $T_g$  similares para os materiais

avaliados e, portanto, deveriam ser utilizadas como padrão para avaliação da  $T_g$  de resinas de base de prótese. A presença de monômero residual no material polimerizado sem ciclo terminal de ebulição pode atuar como plastificante da cadeia polimérica, promovendo transições aparentes em temperaturas mais baixas.

Neste mesmo ano, Oysaed<sup>55</sup> avaliou a influência da quantidade de diferentes tipos de agente de ligação cruzada sobre as propriedades térmicas dinâmico-mecânicas de sistemas acrílicos polifásicos. Corpos-de-prova (60 x 10 x 2,0 mm) foram confeccionados com diferentes proporções de metil metacrilato (MMA) no pó e agentes de ligação cruzada dimetacrilato no líquido (etileno glicol dimetacrilato - EGDMA; 1,3-propanodiol dimetacrilato - PDMA; 1,4-butanodiol dimetacrilato - BDMA; dietileno glicol dimetacrilato- DEGDMA e trietileno glicol dimetacrilato- TEGDMA). Os agentes de ligação cruzada foram adicionados em: 1,25; 2,5; 5,0 e 10% em mol. Também foram confeccionados corpos-de-prova sem a presença do agente de ligação cruzada (controle). Duas condições de polimerização foram utilizadas: termopolimerização em água a  $73 \pm 1,0^\circ\text{C}$  por 90 min e em água fervente por 30 min; e autopolimerização por 2,0 min, mantendo os corpos-de-prova por 30 min a  $45^\circ\text{C}$  sob pressão de 220 kPa. Os corpos-de-prova foram armazenados a  $22 \pm 1,0^\circ\text{C}$  durante uma semana previamente aos testes. A análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) foi realizada por meio de tensões de cisalhamento para determinação do módulo de armazenamento ( $G'$ ), módulo de dissipação viscosa ( $G''$ ) e amortecimento mecânico ( $\tan \delta$ ). Para isso, foi utilizada faixa de temperatura entre  $-60$  e  $140^\circ\text{C}$ , com velocidade de

aquecimento de 2,0°C/ min, nas frequências de 0,1; 1,0; 10 e 100 rad/s. O aumento da quantidade de agente de ligação cruzada aumentou os valores de  $G'$  e da  $T_g$  somente nos materiais quimicamente ativados. Nos materiais termicamente ativados, os picos de  $\tan \delta$  alargaram com a adição de 10% de agente de ligação cruzada. A  $T_g$  do PMMA termicamente ativado variou de 120 a 133°C e do quimicamente ativado de 93 a 130°C com o aumento da frequência. Com a utilização de 1,0 Hz de frequência, a  $T_g$  do material termicamente ativado (123°C) foi maior em relação à  $T_g$  do material quimicamente ativado (110°C). O autor concluiu que o aumento da quantidade de agente de ligação cruzada aumenta a  $T_g$  do material, limitando a movimentação da cadeia polimérica. Um dos fatores que diminui a  $T_g$  é a incorporação de plastificantes e monômeros residuais. Os grupos de metacrilato pendentos (GMP) aumentam em função do alto conteúdo de agente de ligação cruzada. O GMP atua como plastificante diminuindo a  $T_g$ . Portanto, o aumento de agente de ligação cruzada e de GMP faz o pico de  $\tan \delta$  alargar-se, não aumentando a  $T_g$  (como ocorrido nos materiais termicamente ativados). A  $T_g$  será maior com o aumento do peso molecular da cadeia polimérica e da frequência. O alto conteúdo de monômero residual age como plastificante nos materiais quimicamente ativados (2,3 w%) em comparação aos materiais termicamente ativados (0,6 w%), devendo resultar na diminuição da  $T_g$ .

Em 1992, Caycik, Jagger<sup>20</sup> avaliaram o efeito dos agentes de ligação cruzada etileno glicol dimetacrilato (EGDMA), polietileno glicol dimetacrilato e tetraetileno glicol dimetacrilato sobre as propriedades mecânicas

de resistência ao impacto, à flexão e à tração de uma resina acrílica à base de polimetil metacrilato. Os agentes de ligações cruzadas foram adicionados à resina em concentrações que variaram entre 0 a 60%, por volume de monômero. Além disso, a deflexão do material a 15 N, 35 N e 50 N foi mensurada. Foi observado um aumento na resistência ao impacto das amostras contendo 10% de etileno glicol dimetacrilato. Porém, pouca alteração foi observada nas demais propriedades. Os agentes de ligação cruzada com cadeias mais longas como o tetraetileno glicol dimetacrilato e o polietileno glicol dimetacrilato produziram aumento significativo sobre a resistência ao impacto. Por outro lado, esses agentes de ligação cruzada produziram uma diminuição nas propriedades de resistência à flexão e à tração.

Também em 1992, Harrison, Huggett<sup>31</sup> avaliaram 23 resinas e 11 métodos de processamento por meio de cromatografia gás-líquida de alta eficiência. Os resultados demonstraram alta variação (0,56% a 18,46%) entre os níveis de monômero residual produzidos pelos diferentes métodos de polimerização. Esses resultados foram, basicamente, influenciados pelos ciclos mais curtos de polimerização e por aqueles realizados a baixa temperatura (60°C), proporcionando os maiores níveis de monômero residual. Porém, quando as muflas eram imersas em água aquecida a 70°C por um período de 7,0 h, seguida de um aquecimento a 100°C por uma hora, essa variação foi amplamente reduzida, produzindo níveis de monômero residual entre 0,54% e 1,08%. Segundo os autores, a diferença no conteúdo de monômero residual é provavelmente

consequência das variações na quantidade de peróxido de benzoíla no pó e do ativador químico no líquido das resinas acrílicas avaliadas.

Ainda em 1992, Salim et al.<sup>70</sup> compararam a alteração dimensional de corpos-de-prova retangulares de resina polimerizados por três processos diferentes: método convencional, sistema SR-Ivocap e polimerização em microondas. Os corpos-de-prova (n=18) foram confeccionados a partir de padrões de cera de 60 x 25 x 3,0 mm. Foram confeccionados, nesses padrões, quatro orifícios com aproximadamente 1,5 mm de profundidade. As resinas utilizadas foram Bio resin, SR-Ivocap e Acron MC, processadas de acordo com as recomendações dos fabricantes. As distâncias entre as perfurações (A, B, C e D) foram mensuradas em microscópio Nikon, nos padrões em cera e imediatamente após a polimerização. O vetor das seis dimensões foi calculado (V = AB, BC, CD, AD, AC, BD) e utilizado para a comparação entre os métodos de processamento. Os resultados demonstraram que o método SR-Ivocap exibiu menor alteração dimensional em relação aos métodos convencional e a polimerização em microondas. Além disso, não houve diferença estatística entre a polimerização convencional e em microondas. Nessa pesquisa, somente corpos-de-prova retangulares foram utilizados. Segundo os autores, a utilização de corpos-de-prova que apresentam forma simples, permite a avaliação da alteração dimensional da resina acrílica propriamente dita. Dessa forma, os resultados das alterações dimensionais podem ser atribuídos diretamente à resina acrílica e ao método de processamento. Entretanto, para a situação clínica, é necessário considerar a

influência de outros fatores na estabilidade dimensional como forma e espessura da prótese, além da presença de dentes artificiais.

A resistência de união entre 5 materiais reembasadores e dois materiais para base de prótese (Lucitone 199 e Triad VLC) foi comparada por Arena et al.<sup>5</sup>, em 1993. Foram confeccionados corpos-de-prova retangulares (64 x 28 x 14 mm) com as resinas Lucitone 199 e Triad VLC, unidos na região central (secção de 10 mm) com as resinas para reembasamento, quimicamente ativadas Kooliner e Flexacryl, de polimerização dual Extoral e Light Liner e, fotoativada Triad VLC. Os corpos-de-prova das resinas para base de prótese foram submetidos ao polimento com lixa 320 e armazenados em água por 50 h. Em seguida, uma secção de 10 mm foi removida da região central e preenchida com material reembasador. Os grupos controles foram constituídos por corpos-de-prova intactos das resinas para base de prótese. Os resultados obtidos indicaram que, para a resina de base Lucitone 199, o reembasador Light Liner proporcionou o maior valor de resistência de união. Segundo os autores, a resina Light Liner é composta por polietil metacrilato, o qual aparentemente apresenta alta afinidade com a resina à base de polimetil metacrilato. Para a resina de base Triad VLC, o valor mais alto foi obtido com a resina para reembasamento Triad VLC. Esses resultados foram relacionados ao fato de os dois materiais apresentarem composições químicas idênticas. Os demais materiais reembasadores produziram valores de união menores que a metade da resistência das resinas de base testadas intactas. Todos os materiais falharam adesivamente, com exceção da resina

Extoral que, segundo os autores, apresentou porosidades que poderiam ter colaborado para o tipo de falha coesiva observada.

Em 1994, Vallittu et al.<sup>91</sup>, avaliaram a resistência à flexão de corpos-de-prova de uma resina acrílica termicamente ativada (Pro Base) reparada com uma resina acrílica quimicamente ativada (Pro Base Cold). Foram confeccionados 12 corpos-de-prova para cada condição experimental: A- corpos-de-prova intactos (sem reembasamento); B- corpos-de-prova reparados sem tratamento superficial prévio; C- aplicação de monômero metil metacrilato (Pro Base Cold) por 5,0 s, previamente ao reparo; D- aplicação de monômero metil metacrilato por 30 s previamente ao reparo; E- aplicação de monômero metil metacrilato por 60 s previamente ao reparo e F- aplicação de monômero metil metacrilato por 180 s previamente ao reparo. Após confecção, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada à temperatura ambiente por 4 dias. Os ensaios de resistência à flexão em três pontos foram realizados em máquina de ensaios mecânicos. A carga foi aplicada na área de reparo (2,3 mm de espessura x 4,2 mm de largura) na mesma direção onde se concentram as forças em próteses totais maxilares reparadas (centro do palato). Além disso, as alterações morfológicas superficiais exibidas após os tratamentos propostos foram avaliadas por meio de microscopia eletrônica de varredura. Os autores observaram menores resultados de resistência à flexão nos corpos-de-prova reparados. Além disso, foi observado um aumento na resistência dos corpos-de-prova após o aumento nos tempos de aplicação de monômero previamente ao reparo. A análise em

microscopia eletrônica de varredura revelou, após 60 ou 180 s de aplicação do monômero, que a superfície dos corpos-de-prova a serem reparados tiveram sua superfície levemente texturizada em decorrência da dissolução superficial promovida pelo metil metacrilato. Dessa forma, esses pesquisadores afirmaram que a aplicação de monômero na superfície a ser reparada é um procedimento importante para o aumento na resistência de união entre resinas acrílicas reparadas.

Tamareseelvy, Rueggeberg<sup>87</sup>, em 1994, avaliaram o efeito da variação da proporção de agente de ligação cruzada sobre as propriedades térmicas dinâmico-mecânicas dos dois copolímeros. Foi avaliado, ainda, o efeito do comprimento molecular da ramificação dos monômeros sobre a mobilidade do segmento na temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ). Duas resinas diferentes (metil metacrilato- MMA e 2-etoxi-etil-metacrilato- EEM) foram adicionadas a várias frações molares (0, 5, 10, 20, 40, 60, 80 e 100%) de agente de ligação cruzada trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA), resultando em dois copolímeros diferentes (TMMA e TEEM). Os copolímeros foram termicamente ativados a 100°C por 1,0 h e 120°C por 2,0 h. Três corpos-de-prova (45 x 8,0 x 1,0 mm) para cada condição experimental foram confeccionados. Após o armazenamento a seco, a análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) foi realizada no modo de flexão, com faixa de temperatura de -100 a 220°C e frequência de 1,0 Hz. Um corpo-de-prova do copolímero TEEM com 80% de TEGDMA foi submetido à DMTA com frequência variada (0,01; 0,1; e 2,0 Hz) para avaliar o efeito da

frequência sobre os valores de  $T_g$ . As curvas do módulo de armazenamento ( $E'$ ) e do módulo de perda ( $E''$ ) foram plotadas e os módulos analisados na temperatura de 30°C. A  $T_g$  foi determinada por meio dos picos das curvas de  $E''$  e da tangente de perda ( $\tan \delta$ ). Os resultados evidenciaram que, a 30°C, os valores de  $E'$  do TMMA (1,9 a 2,9 GPa) foram semelhantes com o aumento na porcentagem de TEGDMA. Os valores de  $E'$  do TEEM (0,01 a 2,3 GPa) aumentaram com a adição de 5,0% de TEGDMA. Os valores de  $E''$  do TMMA (333 MPa a 107 MPa) diminuíram com a adição de TEGDMA. Os valores de  $E'$ ,  $E''$  e da  $T_g$  (em  $\tan \delta$ ) aumentaram com o aumento da frequência. O pico das curvas  $\tan \delta$  do TMMA aumentaram com a adição de TEGDMA. A  $T_g$  do TMMA variou de 146,4 a 164,6°C e a  $T_g$  do TEEM variou de 70,7 a 164,6°C com o aumento da concentração de TEGDMA. De acordo com os autores, a  $T_g$  pode ser modificada pelo conteúdo de agente de ligação cruzada, mas também pelo tamanho da ramificação da molécula do monômero. Como a extensão da ramificação do EEM é maior do que MMA foi concluído que o aumento da extensão da ramificação diminuiu a  $T_g$  (deslocamento da  $T_g$ ), funcionando como plastificante. Além disso, foi verificado que quanto maior a conversão do monômero, maior a  $T_g$ .

As propriedades de resistência à flexão, sorção de água e solubilidade das resinas para reembasamento Rebaron, Tokuso Rebase, Mild, Metabase, Kooliner, New Truliner e da resina para base de prótese Acron foram avaliadas por Arima et al.<sup>6</sup>, em 1995. Dos seis materiais para reembasamento avaliados, quatro apresentavam agentes de ligação cruzada. Corpos-de-prova para

ensaios mecânicos de flexão foram confeccionados (64 x 10 x 2,5 mm) e armazenados em água destilada a 37°C por 50 h. Para avaliar as propriedades de absorção de água e solubilidade ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ), os corpos-de-prova (50 x 0,5 mm) foram armazenados em dessecador a 37°C até atingirem massa constante. Decorrido esse período, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37°C por 7 dias e pesados até que atingissem massa constante. Os resultados demonstraram que a resistência à flexão dos materiais reembasadores foi significativamente menor que a observada para a resina termicamente ativada. As resinas contendo agente de ligação cruzada como a Metabase, Tokuso Rebase e Mild demonstraram resistência à flexão significativamente maior que a resina acrílica sem agente de ligação cruzada, com exceção da resina Rebaron. Para o teste de sorção de água e solubilidade, com exceção da resina Kooliner, as resinas para reembasamento demonstraram sorção de água significativamente menor que a resina Acron. As resinas com agente de ligação cruzada demonstraram sorção de água significativamente menor que as resinas sem agente de ligação cruzada. Embora a composição química da resina Rebaron seja similar à da resina Acron (polimetil metacrilato e metil metacrilato), uma menor resistência à flexão e módulo de elasticidade foram observados para esse material, provavelmente, devido à presença do agente plastificante di-n-butil sebacato no líquido (10,3%). Contudo, a resina Rebaron demonstrou a maior resistência à flexão e módulo de elasticidade entre as resinas acrílicas para reembasamento. A presença de agente plastificante na resina New Truliner (8,0% de di-n-butilftalato) também foi considerada responsável pela sua maior flexibilidade.

Em 1995, Dogan et al.<sup>26</sup> analisaram o efeito da temperatura e do tempo de polimerização sobre as propriedades mecânicas, o conteúdo de monômero residual e a absorção de água de três resinas termicamente ativadas (QC 20, Paladon 65 e SR-Ivocap) e duas resinas quimicamente ativadas (Meliodent e Palapress). Os corpos-de-prova das resinas quimicamente ativadas foram confeccionados em banho de água à temperatura constante, utilizando-se os ciclos de 20, 25 ou 30°C por 30 min. Os corpos-de-prova das resinas termicamente ativadas foram submetidos ao ciclo de polimerização a 100°C, utilizando-se os seguintes tempos de polimerização: 30, 40 ou 50 min. Dez corpos-de-prova de cada condição experimental foram submetidos ao teste de resistência à tração e porcentagem de alongamento em máquina de ensaios mecânicos. Para a análise da absorção de água, corpos-de-prova (6,0 x 3,0 x 0,5 mm) foram armazenados em água destilada a 25±0,5°C por 2 meses e pesados em intervalos de 15 min nas primeiras 2,0 h, a cada 30 min, durante 6,0 h e, então, a cada 24 h. A análise do conteúdo de monômero residual foi realizada por meio de cromatografia líquido-gasosa. Os resultados demonstraram diminuição no conteúdo de monômero residual quando as resinas termicamente ativadas foram submetidas a um maior tempo de polimerização (50 min). Para as resinas quimicamente ativadas foi observada diminuição no conteúdo de monômero residual, quando as amostras foram submetidas à temperatura mais elevada (30°C). Os autores observaram, ainda, melhora nas propriedades mecânicas dos materiais com a diminuição do conteúdo de monômero residual. Esse comportamento foi atribuído ao efeito plastificante do monômero residual na

matriz do polímero. Além disso, a redução no conteúdo de monômero residual foi verificada após sua imersão em água, devido à sua difusão na camada mais superficial da resina. No entanto, essa diminuição inicial não foi observada em algumas resinas que apresentaram alto conteúdo de monômero residual. Os autores atribuíram esse resultado à localização do monômero residual na amostra. Provavelmente, o monômero residual permaneceu retido na camada mais interna da amostra, não conseguindo difundir-se em um curto período de tempo. Além disso, o tempo de polimerização mais longo aumentou o número de ligações cruzadas, promovendo maior dureza, menor porosidade e menor absorção de água na matriz dos polímeros.

O objetivo do estudo realizado por Vallittu et al.<sup>92</sup>, em 1995, foi avaliar o conteúdo de monômero residual de uma resina quimicamente ativada e de uma resina termicamente ativada, bem como sua liberação após armazenagem em água. Para isso, corpos-de-prova (50 x 4,0 x 2,0 mm) foram confeccionados com os materiais Pro Base Hot (termicamente ativado) e Pro Base Cold (quimicamente ativado) e armazenados em água à temperatura de 22°C ou 37°C por períodos de 1 a 60 dias. Após esses períodos, a mensuração do conteúdo de monômero residual foi realizada com cromatografia líquida de alta eficiência. A resina quimicamente ativada apresentou conteúdo de monômero residual significativamente maior em comparação à resina termicamente ativada. O conteúdo de monômero residual liberado foi amplamente reduzido durante o primeiro dia, principalmente quando as amostras foram armazenadas a 37°C.

Além disso, a quantidade de monômero liberado pela resina ativada quimicamente foi significativamente superior à liberada pela resina termicamente ativada, o que poderia ser explicado pela maior porosidade desse material, facilitando o processo de difusão de monômero residual em água. Os autores sugerem a armazenagem das próteses à temperatura de 37°C por um período entre um e dois dias, previamente à sua colocação. Desse modo, a quantidade de monômero residual na base das próteses bem como na saliva seria diminuída.

No ano seguinte, Arima et al.<sup>9</sup> avaliaram, por meio de microscopia eletrônica de varredura, o efeito de agentes de união de resinas acrílicas, indicadas para o reembasamento imediato, sobre a textura superficial de uma resina para base de prótese. Além disso, esses autores analisaram a composição desses agentes de união por meio de espectrofotometria infravermelha. Foram avaliados seis agentes de união: Tokuso Rebase Aid (RA), Metabase Primer A (MP), Bosworth bonding liquid (BL) e Pical (PI). Para as resinas Rebaron e Kooliner, que não possuem agentes de união específicos, seus próprios monômeros foram analisados. Após a sua obtenção, corpos-de-prova (20 x 10 x 2,0 mm) de uma resina termicamente ativada (Acron) foram imersos em água destilada a 37°C por 2 semanas. A seguir, a superfície de cada amostra foi desgastada com lixa de granulação 600, lavada com água destilada e seca com jato de ar. Cada corpo-de-prova recebeu a aplicação dos agentes de união por meio de um pincel, conforme as recomendações dos fabricantes. Além disso, para avaliar os efeitos do período de tratamento, cada corpo-de-prova foi imerso nos agentes de união pelos

períodos de 5, 10 ou 30 s. Após análise química, os agentes de união foram classificados em três grupos. O grupo 1 continha principalmente solventes como diclorometano e acetona (agentes de união das resinas RA e MP). A microscopia revelou que RA dissolveu a camada superficial durante a aplicação com pincel e que, após 5 segundos de imersão RA desenvolveu uma estrutura esponjosa. Imersões mais prolongadas eliminaram essa formação. Em contraste, a aplicação de MP produziu uma superfície irregular, enquanto a imersão não produziu alteração em relação ao controle. O segundo grupo foi constituído por compostos de monômeros de metacrilato, no qual se enquadram BL e os monômeros de Rebaron e Kooliner. O pincelamento com BL promoveu um leve amolecimento da superfície, enquanto que a imersão não promoveu alterações na superfície. A aplicação do monômero da resina Rebaron produziu uma superfície porosa. Entretanto, quando os corpos-de-prova foram imersos no líquido, não houve alteração em relação ao controle. O líquido do material Kooliner apresentou comportamento semelhante. O terceiro grupo contendo monômero metacrilato e polímero foi representado por PI. De acordo com os autores, os agentes de união à base de solventes podem dissolver a superfície do material de base, promover a penetração do reembasador e resultar na formação de uma camada mista de reembasador/ resina de base. Adesivos que contêm principalmente monômeros de metacrilato têm baixa capacidade em dissolver a superfície da resina de base. Os agentes de união que contêm monômero metacrilato formam uma fina camada de polímero na superfície da resina de base e uma união é estabelecida através dessa

camada. Considerando-se que a aplicação por meio de pincel produziu efeito significativo, a realização desse procedimento foi recomendada pelos autores.

Esses mesmos autores<sup>7</sup>, também em 1996, realizaram um estudo para avaliar a composição química, temperatura de transição vítrea, peso molecular e distribuição do tamanho das partículas do pó de resinas acrílicas quimicamente ativadas para reembasamento (Rebaron, Tokuso Rebase, Mild, Metabase, Kooliner e New Truliner). De acordo com os resultados, a resina Rebaron contém pó de polimetil metacrilato (PMMA), a resina Metabase pó de polietil metacrilato (PEMA) e PMMA/ PEMA e os demais reembasadores somente PEMA. As temperaturas de transição ( $T_g$ ) vítrea do PMMA e do PEMA foram avaliadas, inicialmente, para obtenção de dados referenciais. Os resultados indicaram que a resina Mild apresenta a mais baixa  $T_g$  (68,4°C) e a resina Metabase a mais alta  $T_g$  (97,1°C). Para análise do peso molecular de cada pó, foi utilizada a cromatografia líquida de alta eficiência e os resultados obtidos demonstraram uma variação no número médio de peso molecular entre  $1,6 \times 10^5$  a  $2,2 \times 10^5$ . Em relação à distribuição dos tamanhos das partículas, o pó das resinas Rebaron, Mild, Kooliner, Metabase e New Truliner contém partículas com dimensões que variam entre 50 a 100  $\mu\text{m}$  e a resina Tokuso Rebase partículas com tamanhos de 20 a 50  $\mu\text{m}$ . A análise qualitativa e quantitativa dos líquidos dessas resinas, por meio de cromatografia líquida de alta eficiência, demonstrou que a resina Rebaron contém metil metacrilato (MMA) e ácido di-n-butil éster (DBS), a resina Mild 2-etilhexil metacrilato (2-EHMA), 2-hidroxietil metacrilato (2-

HEMA), trimetilolpropanotrimetacrilato (TMPT) e 1,4-butanodiol dimetacrilato (1,4-BDMA), a resina Metabase MMA, EHMA e 1,6-hexanodiol dimetacrilato (1,6-HDMA), a resina Kooliner isobutil metacrilato (IBMA), sem a presença de agentes de ligação cruzada ou plastificantes, a resina New Truliner IBMA e di-n-butilftalato (DBP) e, para a resina Tokuso Rebase, foi detectada a presença de dois monômeros (1,6-HDMA e  $\beta$ -metacrililoiloxietil propionato).

Ainda em 1996, Arima et al.<sup>8</sup> avaliaram o efeito da adição de seis diferentes agentes de ligação cruzada ao líquido de uma resina autopolimerizável para base de prótese sobre a sorção de água e a solubilidade. Foi observado que o 1,4-butanediol dimetacrilato, o 1,6-hexanediol dimetacrilato, o etileno glicol dimetacrilato e o trimetilolpropano trimetacrilato, quando adicionados ao material, diminuíram a sorção de água proporcionalmente ao aumento de suas concentrações. Por outro lado, os agentes de ligação cruzada dietilenoglicol dimetacrilato e trietilenoglicol dimetacrilato produziram maior sorção de água pelos materiais. Além disso, os compostos 1,6-hexanediol dimetacrilato, dietilenoglicol dimetacrilato, trietilenoglicol dimetacrilato e trimetilolpropano trimetacrilato apresentaram uma tendência de diminuição da solubilidade da resina com o aumento de suas concentrações. De acordo com os autores, além da afinidade da molécula de água com o polímero e da densidade do agente de ligação cruzada, outros fatores, como ligações duplas remanescentes, temperatura

e método de polimerização, também afetam a sorção de água. Quanto à outra propriedade avaliada, os autores relataram que o PMMA não é solúvel em água, portanto, a solubilidade apresentada pelo material ocorre em razão da dissolução de monômeros residuais e de iniciadores da reação. O monômero residual age como plastificante, diminuindo as propriedades mecânicas do material, além de poder causar reações teciduais caso seja liberado para a cavidade oral. Logo, um alto valor de solubilidade não é considerado favorável para as resinas de base.

O estudo de Cucci et al.<sup>24</sup>, realizado em 1996, comparou a alteração dimensional linear de dois materiais reembasadores diretos (Duraliner II e Kooliner) com uma resina termicamente ativada convencional (Lucitone 550). Foi utilizada uma matriz de aço circular para a confecção dos corpos-de-prova, seguindo as especificações da ISO 1567. As dimensões de referência (AB e CD) foram medidas diretamente na matriz com a utilização de projetor de perfil Nikon. Foram realizadas 12 mensurações para cada dimensão e o valor médio calculado. Após polimerização, os corpos-de-prova foram removidos da matriz e as distâncias entre os pontos de referência (AB e CD) foram mensuradas de maneira similar à matriz. As medidas foram realizadas após o processamento e remoção da matriz (0 h) e após os corpos-de-prova terem sido armazenados em água destilada a 37°C por 24, 48, 72, 96 h, 7 dias, 14 dias, 1 mês e dois meses. Os resultados indicaram que os corpos-de-prova de Duraliner II exibiram porcentagem média de contração maior que os outros dois materiais. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os materiais Lucitone e Kooliner. Os valores

médios obtidos para a resina Lucitone 550 foram menores que aqueles relatados para resinas termicamente ativadas em outros estudos. Este resultado, segundo os autores, poderia estar relacionado com o ciclo longo de polimerização utilizado (9,0 h a 71°C). A elevada contração apresentada pelo material Duraliner II pode estar relacionada à alta proporção líquido/pó. As maiores alterações para os materiais Kooliner e Lucitone 550, ocorreram imediatamente após a polimerização. Embora os valores obtidos imediatamente após a polimerização para a resina Duraliner II não tenham sido estatisticamente diferentes em relação aos demais materiais, foi observada grande contração adicional após a armazenagem em água nos diferentes períodos de tempo avaliados. Não foi observada alteração significativa na estabilidade dimensional das resinas Kooliner e Lucitone 550 após 60 dias de armazenagem em água.

O limite de deformação elástica, por meio do ensaio de resistência à flexão em 3 pontos, de materiais para base de prótese reembasados com resinas fotoativadas (Triad e Rebaron LC) e com resinas quimicamente ativadas (Tokuso Rebase e Rebaron) foi avaliado, em 1997, por Takahashi et al.<sup>86</sup> Foram confeccionados corpos-de-prova com diferentes proporções de espessuras entre material reembasador e resina para base de prótese: 0,5/ 2,0 mm; 1,0/ 1,5 mm; 1,5/ 1,0 mm e 2,0/ 0,5 mm. Foram confeccionados, ainda, corpos-de-prova constituídos apenas de materiais para base de prótese. Previamente aos ensaios de resistência flexural, todas as amostras foram armazenadas a 37°C por 24 h. Os resultados demonstraram que, após o reembasamento, houve diminuição

significativa na resistência à deformação plástica dos materiais. A resina Triad apresentou a maior resistência no limite proporcional. No entanto, as outras três resinas avaliadas demonstraram limite proporcional pelo menos 50% menor que a resina para base de prótese. Com exceção da resina Triad, a resistência à deformação plástica dos corpos-de-prova reembasados foi progressivamente diminuída com o aumento na espessura do material reembasador. Dessa forma, os autores sugerem que, para que se obtenha uma boa resistência à flexão, a base da prótese deve ser alterada o mínimo possível durante os procedimentos de reembasamento.

A resistência de união de seis materiais reembasadores macios a uma resina de base (Lucitone 199) foi estudada por Kawano et al.<sup>39</sup>, em 1997, por meio de testes de tração. Os seis materiais reembasadores selecionados para este estudo foram: Prolastic, Vina Soft, Flexor, Super-Soft, Novus e Molloplast-B. Os corpos-de-prova foram preparados pela inclusão de dois padrões em mufla com espaçador de 3,0 mm entre eles. Os padrões e o espaçador foram incluídos em silicone para permitir a fácil remoção dos corpos-de-prova após a polimerização. A resina Lucitone 199 (polimetil metacrilato) foi polimerizada através de ciclo longo (165°F por 9,0 h). Após a polimerização, os corpos-de-prova foram submetidos ao acabamento e as superfícies de união foram desgastadas com lixa de granulação 240. A seguir, as duas partes dos corpos-de-prova foram reposicionadas na mufla, e o local anteriormente ocupado pelo espaçador foi preenchido com material reembasador, utilizando-se, quando indicados, agentes

de união. Após a polimerização e acabamento, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de tração. Os tipos de falhas foram observados em microscópio ótico e classificados como falhas adesivas ou coesivas. Os resultados revelaram que a média de resistência de união ficou entre 9,6 e 21,1 kg/cm<sup>2</sup>, tendo sido o menor valor observado com o material Prolastic e o maior com o material Novus. Segundo os autores, o teste de tração utilizado neste estudo, difere das forças a que os materiais reembasadores resilientes são submetidos clinicamente, quando a tensão exercida na interface entre os dois materiais está mais relacionada com cisalhamento e rompimento. Prolastic, um material à base de silicone autopolimerizável, revelou os menores valores de resistência de união. Desde que a falha encontrada foi coesiva, isto indica que a resistência do material reembasador é mais fraca que a resistência de união ao substrato de PMMA. Flexor, Novus e Novus com agente de união apresentaram falhas adesivas, o que implica que a resistência à tração dos materiais foi maior que a resistência de união. Somente VinaSoft apresentou falha adesiva e coesiva, o que pode indicar que a resistência à tração do material reembasador macio e a resistência de união são aproximadamente a mesma.

Jacobsen, Darr<sup>37</sup>, também em 1997, analisaram os módulos de elasticidade estático e dinâmico de 4 resinas compostas fotopolimerizáveis. Corpos-de-prova (2,0 x 2,0 x 25 mm) foram confeccionados e divididos em 3 grupos: polimerização por 40 s em ambas as faces, polimerização em apenas uma face e polimerização complementada em forno. Os materiais foram armazenados

em água destilada a 37°C e testados após períodos de 24 h, 7 dias, 28 dias e 3 meses. O teste estático foi determinado por meio de flexão em 3 pontos, com aplicação de carga constante e velocidade de  $0,75 \pm 0,25$  mm/ min. A análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) foi realizada na frequência de 2,0 Hz, com deformação de 36  $\mu$ m pico a pico (dentro do limite de elasticidade dos materiais). A faixa de temperatura utilizada partiu da temperatura ambiente até 160°C, com velocidade de 3,0°C/ min. Ao término do primeiro ciclo de DMTA, os corpos-de-prova foram resfriados naturalmente e armazenados em água a 23°C. Posteriormente, um segundo ciclo foi repetido. Os valores do módulo de armazenamento ( $E'$ ) e da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) a 37°C foram coletados para ambos os ciclos. Os resultados demonstraram que os valores do módulo dinâmico foram maiores do que o módulo estático, devido à alta taxa de deformação aplicada no DMTA. No primeiro ciclo de DMTA, a maioria dos grupos variou a  $T_g$  entre 80 a 120°C. No segundo ciclo, a  $T_g$  aumentou aproximadamente 20°C. Os valores de  $E'$  (GPa) aumentaram de 20 a 25% para todos os materiais analisados após o primeiro ciclo. A polimerização em ambas as faces dos materiais aumentou os valores de  $E'$ , indicando maior rigidez dos materiais. Os autores concluíram que na DMTA existem três efeitos atuando simultaneamente nos materiais: pós-polimerização, sorção e solubilidade. A elevada temperatura induz a pós-polimerização do material analisado e a magnitude disso depende da eficiência da conversão original (quanto maior a conversão inicial, menor será o efeito da pós-polimerização). A água absorvida atua como plastificante e, com o passar do tempo, os valores de  $E'$  tendem a

diminuir e o plastificante do próprio material tende a ser perdido para a água. Um material com pouca conversão inicial absorve mais água e sofre mais o efeito de pós-polimerização. A aplicação de dois ciclos de DMTA foi favorável, fazendo com que o primeiro induza o efeito de pós-polimerização e desidratação do material. Dessa forma, o segundo ciclo demonstra melhor a consequência da conversão incompleta dos corpos-de-prova confeccionados (quanto menor o aumento de  $E'$  e da  $T_g$ , melhor será a conversão inicial). Os materiais polimerizados por calor e pressão obtiveram maior conversão inicial. A DMTA mostrou ser um método eficiente para a caracterização dos materiais poliméricos.

O efeito de diferentes temperaturas de polimerização na resistência de união entre uma resina para base de prótese e dentes artificiais foi avaliado por Büyükyilmaz, Ruyter<sup>17</sup> em 1997. Foram selecionadas três resinas, duas quimicamente ativadas (Palapress Vario- PV e Probase Cold- PC) e uma termicamente ativada (Probase Hot-PH), e os dentes utilizados possuíam carga (sílica) e ligações cruzadas. A resistência de união foi avaliada por meio de testes de separação (“peel”) e cisalhamento. O ensaio “peel” consiste na aplicação da força somente na região incisal lingual, perpendicularmente ao longo eixo do dente. Para a resina PV a resistência de união variou de 12,41 a 19,32 MPa, com aumento significativo para as temperaturas de 30 a 70°C. Para o material PC, as médias de resistência de união obtidas variaram de 11,87 a 18,90 MPa, com aumento significativo para as temperaturas de 30 a 60°C. Todos os corpos-de-prova da resina de base PH apresentaram falhas coesivas e proporcionaram os

maiores valores (média de 25,30 MPa). Para a resina PV, falhas adesivas foram observadas nas temperaturas de 30 e 40°C. Para as temperaturas de 50°C ou acima, as falhas foram coesivas. Para a resina PC, o teste "peel" resultou em falhas adesivas para todas as temperaturas, de 30 a 70°C. Segundo os autores, com as resinas termicamente ativadas o tempo disponível para a difusão dos monômeros no dente artificial e a formação de cadeias poliméricas de entrelaçamento é maior que aquele proporcionado com as resinas quimicamente ativadas. As temperaturas mais altas também devem ser favoráveis, devido à maior velocidade de difusão. Neste estudo foi verificado, ainda, que, com o aumento da temperatura de polimerização, as falhas passaram de adesivas para coesivas. As diferenças nos tipos de falhas para as resinas PV (coesivas) e PC (adesivas) para o teste "peel" pode ser resultado da diferença na formulação entre os dois materiais. A resina PV contém os agentes de ligação cruzada etileno glicol dimetacrilato (EGDMA), 1,6-bis (metacrilóiloxi-2-etoxicarbonilamino), 4,4-trimetilhexano (UEDMA) e trimetilolpropano trimetacrilato. Entretanto, a resina PC contém somente o agente de ligação cruzada 1,4-butanediol dimetacrilato (1,4-BDMA).

Vallittu, Ruyter<sup>94</sup>, também em 1997, determinaram a espessura da camada superficial que apresenta expansão ("swelling"), como resultado da difusão do monômero metil metacrilato (MMA) para a parte interna da estrutura de polimetil metacrilato (PMMA). Foi comparada a expansão das resinas à base de PMMA, termicamente ativada SR 3/60 (SR) e quimicamente ativada Palapress

Vario (PPV). A resina termicamente ativada foi polimerizada em água a 100°C por 60 min e a quimicamente ativada em água a 55°C por 15 min sob pressão de 300 kPa. Os corpos-de-prova (5,0 x 5,0 x 2,0 mm) foram armazenados a 23±1°C e umidade relativa do ar de 50±5,0% por 12 semanas. Uma das superfícies dos corpos-de-prova foi polida com lixa de granulação 1000 e colocada dentro de 6,0 mL do monômero da resina PPV, que contém MMA e etileno glicol dimetacrilato como agente de ligação cruzada. Os corpos-de-prova foram mantidos em contato com o monômero por 0; 0,5; 3; 30 e 60 min a 23±1,0°C. A resina PPV foi proporcionada e colocada sobre a superfície preparada, simulando o procedimento de reparo, sendo polimerizada em água como descrito anteriormente. A espessura da camada que expandiu foi mensurada nas micrografias dos corpos-de-prova tendo sido observado valores entre 18,6 a 53,6  $\mu\text{m}$  na resina quimicamente ativada e entre 18,8 a 22,6  $\mu\text{m}$  na resina termicamente ativada. Para a resina quimicamente ativada, houve diferenças significativas entre os tempos de contato com o monômero avaliado, enquanto que, para a resina termoativada, as médias obtidas foram estatisticamente iguais entre si. A expansão ocorreu em regiões sem pérolas de PMMA em ambas as resinas, ou seja, em locais da matriz polimérica. Durante a expansão ocorre a difusão do solvente (monômero da resina PPV) para a parte interna do polímero PMMA. As pérolas de PMMA pré-polimerizadas não apresentam agentes de ligação cruzada como a matriz polimérica e, portanto, a difusão do “solvente” MMA para o interior das pérolas deveria ser maior que na matriz. Entretanto, a reação dos agentes de ligação cruzada, durante a polimerização das resinas, é incompleta e, dessa forma, grupos metacrilatos

residuais permanecem na resina polimerizada. Esses grupos separam os segmentos das cadeias poliméricas, tornando a estrutura menos densa e rígida. Conseqüentemente, há diminuição na temperatura de transição vítrea e a formação de uma estrutura mais aberta, tornando mais fácil a difusão das moléculas do MMA na matriz polimérica do que nas pérolas do polímero. Outro fator apontado pelos autores, para a maior expansão observada na resina quimicamente ativada, seria o maior conteúdo de monômero residual em relação à resina termoativada, o qual teria facilitado a difusão do MMA para o interior do polímero.

A International Standard Organization<sup>36</sup>, no ano de 1998, publicou a especificação (nº. 1567) referente aos polímeros para bases de prótese. De acordo com as normas, o ensaio de resistência à flexão deve ser realizado em corpos-de-prova com dimensões de 64 mm de comprimento,  $10 \pm 0,02$  mm de largura e  $3,3 \text{ mm} \pm 0,02$  mm de altura. Foi recomendado realizar mensurações, tanto em largura como em espessura, no corpo-de-prova em três regiões (extremidades e centro). Porém, essas mensurações devem apresentar desvio máximo de  $\pm 0,02$  mm entre si. Além disso, os corpos-de-prova da resina para base de prótese devem ser armazenados em água à temperatura de  $37 \pm 1,0^\circ\text{C}$  por  $50 \pm 2,0$  h, previamente aos testes. O equipamento utilizado para o teste deve ser calibrado e os corpos-de-prova devem ficar apoiados sobre suportes distantes  $50 \pm 0,1$  mm entre si, utilizando-se velocidade de 5,0 mm/ min.

Em 1998, Chai et al.<sup>21</sup>, avaliaram a capacidade de uma resina fotoativada para reembasamento em resistir às forças de flexão submetidas sobre bases de próteses polimerizadas por diferentes métodos. Para esse estudo, foi empregado o teste de resistência à flexão em 3 pontos (2,0 mm/ min). Foram confeccionados 10 corpos-de-prova (65 x 10 x 2,5 mm) para cada resina de base de prótese utilizada: Acron (90 min a 70°C e 30 min a 100°C), Acron MC (3 min a 500 W), Palapress (50°C à pressão de 4,0 kg/cm<sup>2</sup> por 20 min) e Triad (fotoativação por 10 min). Para o outro grupo, foram confeccionados corpos-de-prova (65 x 10 x 1,5 mm) de resina para base de prótese, posteriormente reembasados com resina fotoativada (Triad). Um agente de união foi aplicado na superfície superior de cada amostra e fotoativado por 2,0 min. Após esse período, a resina foi adaptada sob pressão dentro do molde e novamente fotopolimerizada por 10 min através de uma placa de vidro, obtendo-se, assim, 1,0 mm de espessura do material reembasador. A resistência à flexão do grupo sem reembasamento foi avaliada após 31 dias de armazenagem em água a 37°C. As amostras reembasadas foram avaliadas 24 h após o reembasamento. Esse estudo demonstrou que o reembasamento com a resina fotoativada Triad manteve a resistência à flexão de 2 materiais (Acron MC e Palapress) para base de prótese e aumentou a resistência de outros 2 materiais (Triad e Acron). Segundo os autores, a capacidade do material reembasador em resistir às forças e de reforçar a base da prótese depende de sua propriedade adesiva. Quando há união deficiente entre a base de prótese e o material reembasador, falhas adesivas podem ocorrer nesta interface, mesmo mediante a um estresse relativamente baixo. A melhora na propriedade de união

entre a base de prótese e o material de reembasamento garante aumento de resistência, de modo que os materiais possam suportar melhor o estresse aplicado. As amostras reembasadas das resinas Acron e Triad apresentaram falhas principalmente do tipo coesivas e as resinas Acron MC e Palapress apresentaram falhas do tipo adesivas, sugerindo que a melhor união contribui para a alta resistência flexural do material reembasado.

Também em 1998, Cucci et al.<sup>25</sup> avaliaram a sorção e solubilidade em água de duas resinas acrílicas quimicamente ativadas para reembasamento (Duraliner II e Kooliner) e uma resina acrílica termicamente ativada para base de prótese (Lucitone 550), bem como a resistência de união entre esses materiais. Corpos-de-prova foram confeccionados por meio da utilização de matriz circular em aço inox (50 x 0,5 mm). Foram obtidos 6 corpos-de-prova para cada material, mantidos em estufa a 37°C por 23 h, seguido de uma hora à temperatura ambiente. Sucessivas pesagens foram realizadas até que a perda de massa não ultrapassasse 0,0002 g, tendo a massa obtida sido considerada como constante. A seguir, os corpos-de-prova foram imersos em água destilada a 37°C durante 7 dias. Após esse período, os corpos-de-prova foram pesados e armazenados em dessecador até atingirem massa constante. A absorção de água e a solubilidade foram calculadas em microgramas por milímetro cúbico. A resistência de união foi avaliada por meio do teste de flexão em 3 pontos, utilizando-se corpos-de-prova (64 x 10 x 2,5 mm) confeccionados com a resina termicamente ativada, de acordo com instruções do fabricante. Após a polimerização, os corpos-de-prova foram

armazenados em água à 37°C por 50 h. Uma secção central de 10 mm de cada corpo-de-prova foi removida, tendo sido as superfícies de união tratadas com o adesivo da resina Duraliner II ou com o monômero da resina Kooliner. Em seguida, a união entre as partes foi realizada. Os corpos-de-prova foram divididos em dois grupos, tendo sido um testado após 48 h de imersão em água a 37°C e o outro após 30 dias de imersão em água a 37°C. Os resultados obtidos demonstraram que a resina Duraliner II exibiu menor absorção de água quando comparada às resinas Kooliner e Lucitone, que não apresentaram diferença significativa entre si. Nenhuma diferença na solubilidade foi notada entre as resinas avaliadas. Com relação à resistência de união, não houve diferença entre os dois períodos de armazenagem avaliados. A resina Kooliner falhou adesivamente com a resina de base, enquanto as falhas apresentadas pela resina Duraliner II foram coesivas. A resina Lucitone intacta produziu valores de resistência flexural superiores àqueles observados após sua união com as duas resinas para reembasamento imediato.

O efeito da sorção de água sobre a resistência à deformação plástica de um polímero para base de prótese, reembasado com quatro materiais para reembasamento, foi avaliado por Takahashi et al.<sup>83</sup>, em 1998. Duas resinas fotoativadas (Triad e Rebaron LC) e duas quimicamente ativadas (Tokuso Rebase e Rebaron) para reembasamento foram selecionadas para esse estudo. Os materiais reembasadores foram proporcionados e polimerizados sobre lâminas de uma resina termicamente ativada para base de prótese (Acron), variando-se a

espessura dos materiais. As duas variações de espessura proporcional entre material reembasador e para base de prótese foram respectivamente 0,5:2,0 mm e 1,5:1,0 mm. Os corpos-de-prova da resina para base de prótese foram reembasados após 3 períodos de armazenagem em água: após 24 h, tendo sido as amostras avaliadas após 24 h; após 30 dias, tendo sido as amostras avaliadas após 24 h e após 30 dias, tendo sido as amostras avaliadas após 30 dias a partir do reembasamento. Foram confeccionados 6 corpos-de-prova (65 x 10 x 2,5 mm) para cada grupo, a partir de moldes de gesso. Seis corpos-de-prova da resina Acron e seis de cada reembasador foram confeccionados com as dimensões das amostras reembasadas e, avaliados após imersão em água por 24 h e 30 dias como propósito de comparação. Os ensaios de resistência à flexão foram realizados em três pontos (2,0 mm/min), com a superfície do material para base de prótese posicionada inferiormente. A resistência à flexão no limite proporcional de cada amostra foi calculada com a seguinte fórmula:  $FS_{pl} = 3PL/2bd^2$ , onde P= limite proporcional de carga; L= distância do span (50 mm); b= largura do corpo-de-prova e d= altura do corpo-de-prova. As amostras reembasadas exibiram, em sua maioria, limite proporcional inferior quando o tempo de imersão e a espessura de material reembasador foram aumentados. O efeito plastificante das moléculas de água absorvidas explica o decréscimo no limite proporcional das amostras dos materiais reembasadores. A ausência de efeito da armazenagem em água sobre algumas amostras foi explicada pela sorção de água pela resina de base, obtendo-se um equilíbrio depois de um período de imersão. Além disso, a resistência de alguns materiais reembasadores (Rebaron LC, Tokuso Rebase e Rebaron) pode ter

contribuído para os resultados obtidos após o período de armazenagem em água. O material reembasador Tokuso Rebase exibiu menor sorção de água em relação ao material para base de prótese, possivelmente pela presença do agente de ligação cruzada 1,6-hexanediol dimetacrilato. De maneira geral, a imersão em água diminuiu a resistência à flexão dos corpos-de-prova reembasados. O efeito foi geralmente maior com o aumento de espessura do material reembasador.

Vallittu et al.<sup>93</sup>, no mesmo ano, avaliaram o efeito do tempo e temperatura de polimerização sobre a quantidade de monômero residual (metil metacrilato) de duas resinas termicamente ativadas (ProBase Hot e Lucitone 199) e duas resinas quimicamente ativadas (Palapress Vario e ProBase Cold). Foram confeccionados 3 corpos-de-prova (30 x 2,0 mm) de cada material, utilizando-se moldes em gesso. Após polimerização, todos os corpos-de-prova foram condicionados a  $23\pm 1,0^{\circ}\text{C}$  e  $50\pm 5,0\%$  de umidade relativa por 3 dias. Para se determinar o conteúdo de monômero residual foi utilizada a cromatografia a gás. Aumentando a temperatura de polimerização das resinas quimicamente ativadas de  $30^{\circ}\text{C}$  para  $60^{\circ}\text{C}$ , a quantidade de monômero residual decresceu em uma média, em peso, de 4,6% para 3,3%. Para as resinas termicamente ativadas o ciclo de polimerização a  $70^{\circ}\text{C}$  seguido de  $100^{\circ}\text{C}$  reduziu significativamente o nível de monômero residual quando comparado ao ciclo somente a  $70^{\circ}\text{C}$ . A menor quantidade de monômero residual em peso (0,07%) foi obtida pela polimerização das resinas termicamente ativadas a  $100^{\circ}\text{C}$  por 12 h. Os resultados desse estudo

sugerem que a temperatura e o tempo de polimerização podem alterar a quantidade de monômero residual contida nesses polímeros para base de prótese.

Ainda em 1998, Pow et al.<sup>63</sup> avaliaram a alteração dimensional linear de uma resina acrílica termopolimerizável após os procedimentos de reembasamento e substituição da base da prótese. Foram realizados dois experimentos. No primeiro, as alterações na alteração dimensional linear de bases maxilares e mandibulares foram mensuradas após o procedimento de reembasamento. Próteses completas com dentes artificiais e com metade da espessura da base foram confeccionadas e armazenadas em água a 37°C até atingirem massa constante. As mensurações foram realizadas entre pontos de referência e as distâncias calculadas. A base foi aumentada até a espessura completa por meio de reembasamento. As mensurações foram repetidas e a alteração linear entre os pontos de referência calculada. Nos experimentos de substituição da base, arcos sem base foram confeccionados e a base foi adicionada. Foram confeccionados 22 pares de próteses (mandibular e maxilar), 11 para cada tipo de experimento. Foram realizadas marcações nas bordas incisais dos incisivos centrais e nas cúspides de contenção dos segundos molares. As distâncias entre os pontos demarcados foram mensuradas com microscópio comparador. A resina acrílica termoativada (Trevalon C) foi processada pelo ciclo longo de polimerização de 72°C por 6,5 h, seguido de elevação até 100°C durante 30 min e manutenção desta temperatura por uma hora. As bases foram saturadas em água até peso constante antes de se proceder ao reembasamento ou à

substituição total da base, que foram realizados com a mesma resina termopolimerizável. Após a polimerização, as próteses foram mantidas na mufla, imersas em água e resfriadas lentamente à temperatura ambiente por 48 h. As mensurações foram realizadas imediatamente após a desinclusão. As alterações lineares dos arcos maxilares e mandibulares, após o reembasamento e substituição total da base, foram de aproximadamente -0,3% (sinal negativo denota contração). Para as próteses maxilares, a alteração intermolar foi de 0,1% após o procedimento de substituição total da base. A alteração dimensional verificada durante o procedimento de reembasamento pode ser relacionada à adição do novo material em combinação com a nova polimerização do material já existente. Durante o processamento, a resina termicamente ativada é aquecida além da sua  $T_g$ . Ao final da polimerização, poucas tensões são armazenadas na resina durante o resfriamento da temperatura máxima até a  $T_g$ , devido à resina ser relativamente flexível. Entretanto, abaixo dessa temperatura, o material se torna mais rígido e à medida que atinge a temperatura ambiente, tensões são induzidas devido à diferença na velocidade de contração da resina e do gesso. Quando a prótese é submetida a um novo aquecimento, alteração dimensional adicional do arco é esperada, devido à liberação da tensão estabelecida durante a primeira polimerização. A presença de dentes resulta em tensões internas complexas que são liberadas posteriormente. Entretanto, com os procedimentos de reembasamento, os dentes da prótese já podem ter induzido estresse na primeira polimerização. Portanto, seus efeitos na distorção durante a segunda polimerização são questionáveis. A substituição da base é um procedimento

semelhante ao reembasamento. Devido ao volume de resina adicionada ser maior, uma maior contração é esperada. Entretanto, neste estudo, o grau de contração observado foi comparável ao do reembasamento. Após o reembasamento ou a substituição total da base, ajustes oclusais são necessários devido às alterações dimensionais que ocorrem durante o processamento. Entretanto, este estudo não encontrou evidência suficiente para essa afirmação. Para uma distância intermolar de, aproximadamente, 50 mm, esses procedimentos resultaram em somente 0,15 mm de contração. Esse efeito da contração de polimerização na discrepância oclusal pode ser considerado mínimo e clinicamente insignificante.

No ano seguinte, Aydin et al.<sup>10</sup> avaliaram a resistência de união entre 5 resinas para reembasamento (2 rígidas: Kooliner- quimicamente ativada e Triad- fotoativada e 3 macias: Express- quimicamente ativada, Molloplast B- termoativada e Ufi Gel P- vulcanizada à temperatura ambiente) e uma resina termoativada para base de prótese (Paladent), por meio de testes de tração, compressão e análise em microscopia eletrônica de varredura. Tanto para a confecção dos corpos-de-prova para os ensaios de tração (80 x 10 x 2,0 mm), quanto para os ensaios de compressão (10 x 10 mm), 3,0 mm centrais da resina para base de prótese foram removidos após polimerização e reparados com os materiais reembasadores. Após a sua confecção, os corpos-de-prova foram imersos em água destilada a  $37\pm 1,0^{\circ}\text{C}$  e avaliados em intervalos de 0, 15, 30 e 90 dias. Os corpos-de-prova reparados com o material Triad exibiram resultados de resistência à tração mais próximos ao controle (resina para base de prótese),

seguidos pelos materiais Kooliner e Molloplast B. A menor resistência de união foi verificada para o material Ufi Gel P. Após 90 dias, as amostras reembasadas com os materiais Triad e Kooliner exibiram diminuição na resistência de união e as amostras do grupo controle exibiram um aumento na resistência de união. Inicialmente, quando comparados ao controle, os materiais Triad e Kooliner demonstraram união satisfatória à resina de base, mas, vários pontos de separação foram observados após a análise microscópica. Para a resina Triad esses pontos diminuíram com o tempo de imersão em água, o que poderia ser relacionado à expansão desse material, tornando os pontos de separação mais próximos. O oposto foi verificado para o material Kooliner, o que poderia ser explicado pela difusão de seus componentes em água, pela alteração dimensional devido à dilatação e pela contração em direção à resina de base durante a imersão em nitrogênio líquido, previamente aos procedimentos de análise em microscopia eletrônica de varredura. Entre os materiais resilientes foi verificada, após armazenagem em água, melhor união para o material Express e união mais deficiente para o material Ufi Gel, enquanto que a resina Molloplast B não demonstrou alterações na união com a resina de base.

Também em 1999, Takahashi et al.<sup>84</sup> avaliaram o efeito da imersão em água, em longo prazo, sobre a resistência à flexão de resinas acrílicas utilizadas para confecção de bases de prótese e resinas para reembasamento. O objetivo desse estudo foi determinar o tempo em que as resinas acrílicas levariam para atingir seus equilíbrios de resistência. Foram utilizadas quatro resinas para

base de prótese: uma termicamente ativada convencional (Acron), uma termicamente ativada para microondas (Acron MC), uma fluída quimicamente ativada (Palapress) e uma fotoativada (Triad). Além disso, foram utilizadas quatro resinas para reembasamento: duas fotoativadas (Triad e Rebaron LC) e duas quimicamente ativadas (Tokuso Rebase e Rebaron). Os corpos-de-prova (65 x 10 x 2,5 mm) foram submetidos aos ensaios de resistência à flexão em três pontos (10 mm/ min), após 1 dia, 1 mês, 2 meses, 3 meses e 4 meses de armazenagem em água a 37°C. A resistência dos materiais foi considerada estável quando os valores de 3 e 4 meses não apresentavam diferenças estatisticamente significantes. Contudo, corpos-de-prova adicionais foram confeccionados e avaliados em um intervalo de 5 meses quando diferenças estatísticas foram observadas nesses dois períodos de tempo. Os resultados permitiram verificar que a maioria dos materiais avaliados apresentou equilíbrio da resistência aproximadamente 10% inferior que a resistência máxima, independentemente do período de armazenagem. Os materiais apresentaram diferentes tempos de armazenagem para atingir o equilíbrio na resistência. A resina Acron para microondas não demonstrou alterações significantes durante o intervalo de 1 dia a 4 meses. No entanto, a resina Acron termicamente ativada e a resina fotoativada Rebaron LC levaram 4 meses para alcançar o equilíbrio na resistência. As resinas Palapress, Triad para base de prótese e Triad para reembasamento levaram 2 meses para atingir o equilíbrio em suas resistências. A resina Tokuso Rebase demorou três meses para alcançar o equilíbrio em sua resistência. Segundo os autores, as porosidades existentes no polímero são preenchidas com moléculas de água devido ao

processo de difusão. A liberação de constituintes do polímero e a entrada de água são processos tempo-dependentes. Contudo, uma quantidade relativa dessas moléculas altera com o tempo, até que o equilíbrio seja alcançado. A água, os plastificantes e os monômeros não reagidos comprometem a resistência do polímero devido à facilidade dessas moléculas em movimentar as cadeias poliméricas. De acordo com os autores, caso a liberação desses constituintes exerça menor efeito plastificante que as moléculas de água, a resistência da resina de base é diminuída.

A cromatografia líquida de alta eficiência foi utilizada por Shim, Watts<sup>76</sup>, em 1999, para análise da concentração do monômero residual em resinas acrílicas para bases de próteses, após terem sido submetidas a ciclos adicionais de polimerização propostos para os condicionadores de tecido. Para o estudo, foram utilizados um ciclo curto (73°C por 90 min e elevado a 100°C por 30 min) e um ciclo longo (73°C por 9,0 h) de polimerização em corpos-de-prova de resinas para bases de próteses (Lucitone 199 e Trevalon), tendo sido esses corpos-de-prova considerados como controle. Para a simulação do efeito do ciclo de polimerização empregado no reembasamento de bases de próteses, os corpos-de-prova foram submetidos a um dos ciclos de polimerização sugeridos anteriormente, armazenados e, após 24 h, expostos à temperatura de 100°C por 2,0 h, conforme recomendação do fabricante do material Molloplast B. Os resultados demonstraram redução significativa na concentração de monômero residual nas duas resinas após terem sido submetidas à temperatura de 100°C por 2 h. A mais

alta concentração de monômero residual foi obtida quando utilizado o ciclo longo de polimerização, sem a realização de um segundo ciclo de polimerização.

Também no ano de 1999, Muhtarogullari et al.<sup>49</sup> realizaram avaliação do tamanho das partículas, peso molecular, calorimetria exploratória diferencial (DSC), análise termogravimétrica e análise dinâmico-mecânica (DMA) de uma resina acrílica para base de prótese (Acron MC) polimerizada por banho de água ou por energia de microondas. A média do tamanho das partículas (103,1  $\mu\text{m}$ ) do material avaliado demonstrou ser muito superior ao das resinas comumente utilizadas na época do estudo (50-78  $\mu\text{m}$ ), após polimerização convencional. O peso molecular médio foi maior quando a resina foi polimerizada por microondas e aumentou com períodos maiores de polimerização. A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) mensurada por DSC (aproximadamente 110°C) aumentou com períodos maiores de irradiação em microondas. Independentemente das técnicas de polimerização, a  $T_g$  do material se comportou de maneira significativa. As movimentações das cadeias poliméricas e suas conformações foram avaliadas por DMA de acordo com as mudanças nas propriedades mecânicas em função da temperatura. A formação de cadeias cruzadas aumentou em períodos de polimerização mais longos. De acordo com os autores, a utilização da DMA permitiu informações mais precisas sobre as alterações microestruturais do material após as diferentes técnicas de polimerização, quando comparada aos testes mecânicos e análises térmicas convencionais.

Ainda em 1999, Wong et al.<sup>101</sup>, avaliaram a alteração dimensional linear e a sorção de água de próteses processadas a seco ou em banho de água. Pequenos inserts foram posicionados nas regiões de papila incisiva e tuberosidade de modelos maxilares completamente edêntulos. Esses pontos de referência (inserts) foram transferidos para as próteses polimerizadas pelas diferentes técnicas de processamento (a seco ou em banho de água aquecida). Após processamento, a distância entre os pontos de referência foi mensurada por meio da utilização de microscópio comparador. A sorção de água foi determinada com base nos valores de alteração de massa após imersão. Os autores verificaram que as próteses polimerizadas a seco ou em banho de água não apresentaram diferenças significantes de contração linear (0,42% a 0,58%) após saturação de água. A quantidade de sorção de água das próteses polimerizadas a seco ou em água (0,50 e 0,48% em massa, respectivamente) também não diferiu estatisticamente com os métodos utilizados. Os autores verificaram, ainda, que a sorção de água somente compensou em parte a contração de polimerização dos materiais. Concluiu-se que a sorção de água das próteses processadas a seco ou em água foi baixa. Independentemente do método de processamento, não houve diferença significativa na contração das próteses após saturação por água.

O efeito da ciclagem térmica sobre a resistência à flexão de três resinas para bases de próteses (Acron, Acron MC e Ivocap) reembasadas com três resinas quimicamente ativadas (Rebaron, Tokuso Rebase e Lite Rebase) foi investigado por Archadian et al.<sup>4</sup>, no ano de 2000. Foram confeccionados corpos-

de-prova com 1,5 mm de espessura, utilizando-se um dos materiais para base de prótese e, em seguida, as amostras foram reembasadas com uma das resinas para reembasamento. Para comparação foram confeccionados, ainda, corpos-de-prova intactos de cada material avaliado, submetidos às mesmas condições dos corpos-de-prova reembasados. Após armazenagem em água destilada a 37°C por 50±2,0 h, os corpos-de-prova (65 x 10 x 2,5 mm) foram submetidos ao ensaio mecânico de resistência à flexão em 3 pontos, utilizando-se velocidade de 5,0 mm/s. Metade dos corpos-de-prova foi armazenada em água destilada por 50 h a 37°C, previamente aos testes de flexão. Os corpos-de-prova remanescentes foram submetidos à ciclagem térmica (20.000 ciclos) entre as temperaturas de 4,0 e 60°C, previamente aos testes de flexão. Os corpos-de-prova reembasados produziram valores de resistência flexural maiores do que aqueles obtidos somente com os materiais reembasadores. Porém, sua resistência à flexão ainda foi inferior em comparação aos materiais para base de prótese. De maneira geral, houve redução na resistência à flexão dos materiais avaliados, após a termociclagem. Entretanto, esse efeito não foi verificado nos corpos-de-prova reembasados. Apesar dos resultados favoráveis obtidos, os autores advertem que o reembasamento das próteses pode proporcionar condições inferiores em relação àquelas obtidas com a confecção de novas próteses.

No ano de 2000, Takahashi et al.<sup>85</sup>, avaliaram 4 polímeros para bases de próteses, reembasados com 4 polímeros para reembasamento. Os quatro polímeros para base de prótese foram: um convencional termicamente ativado

(Acron), um processado por microondas (Acron MC), um quimicamente ativado (Palapress Vario) e um fotoativado (Triad). Foram testados dois reembasadores quimicamente ativados (Rebaron e Tokuso Rebase) e dois fotoativados (Rebaron LC e Triad). Barras retangulares de cada um dos quatro polímeros para base de prótese foram polimerizadas, a partir de moldes em gesso (65 x 10 x 1,5 mm) e armazenadas em água a 37°C por 4 meses, previamente ao reembasamento. Cada um dos reembasadores foi polimerizado em contato com as barras de cada um dos materiais para base de prótese, em moldes de gesso com dimensões de 65 x 10 x 2,5 mm. Para cada combinação base de prótese/ reembasador, 8 corpos-de-prova foram confeccionados. Previamente aos ensaios de resistência à flexão (10 mm/min), as amostras reembasadas foram imersas em água destilada a 37°C por um novo período de 4 meses. Esse protocolo baseou-se em resultados de um estudo piloto em que nesses 4 meses obteve-se um equilíbrio na resistência desses polímeros. A resistência máxima à flexão e no limite proporcional para cada amostra foi calculada com a seguinte fórmula:  $FS = 3PL/2bd^2$ , onde P= limite proporcional de carga; L= distância do span (50 mm); b= largura do corpo-de-prova e d= altura do corpo-de-prova. A resistência no limite proporcional foi mensurada manualmente através de leituras a partir dos gráficos de carga/deflexão. O limite proporcional foi obtido por ser mais relevante em comparações clínicas. Os valores de resistência permitiram estabelecer a seguinte desigualdade: Acron ~ Acron MC > Triad > Palapress Vario, onde ~ denota diferença estatisticamente não significativa. Em relação aos reembasadores, outra desigualdade foi estabelecida: Triad > Rebaron > Rebaron LC > Tokuso Rebase.

As amostras reembasadas das resinas Acron e Acron MC normalmente demonstraram resistência à flexão superior às amostras da resina Triad que foi superior à resina Palapress Vario. A resistência individual das combinações resinas para base de prótese/ reembasadores, de acordo com o polímero reembasador, seguiu a seguinte ordem: Triad > Rebaron > Rebaron LC > Tokuso Rebase. Este estudo demonstrou que o equilíbrio na resistência após longo período de armazenagem foi estatisticamente diferente entre os polímeros avaliados. Além disso, foi observado que a resistência de uma amostra de resina para base de prótese reembasada é dependente da resistência do polímero para base de prótese e do polímero para reembasamento.

Ainda em 2000, Bartoloni et al.<sup>13</sup> avaliaram o conteúdo de monômero residual das resinas acrílicas Lucitone 199 (polimerização em água a 74°C por 9,0 h), utilizada como controle, Acron MC (polimerização em microondas a 500 W por 3,0 min) e Accelar 20 (ciclo curto de polimerização a 100°C por 20 min). A técnica de espectrofotometria de infravermelho por transformadas de Fourier foi utilizada para determinar o grau de conversão, que nos materiais resinosos é mensurado por meio da quantidade de ligações duplas (insaturadas) de carbono (C=C), convertidas em ligações simples (saturadas). Um grau de conversão diminuído pode influenciar as propriedades mecânicas e a biocompatibilidade do material. Todos os métodos de polimerização apresentaram resultados semelhantes: Lucitone 199 (92,7 + 0,21%), Acron MC (92,6 + 0,57%) e Accelar 20 (90,9 + 0,73%). Apenas o grau de conversão da resina Accelar 20 foi

estatisticamente diferente dos outros dois materiais avaliados. Entretanto, os valores encontrados para todos os materiais excederam 90%, o que indica um elevado grau de conversão e que, segundo os autores, provavelmente não induziria respostas citotóxicas adversas.

A influência de tratamentos superficiais sobre a resistência de união entre uma resina acrílica para base de prótese (Lucitone 550) e uma resina acrílica quimicamente ativada indicada para reembasamento imediato (Kooliner), foi analisada por Leles et al.<sup>42</sup>, em 2001. Foram avaliados 6 tipos de tratamentos superficiais sobre a resistência de união entre esses dois materiais. Após a confecção, os corpos-de-prova (64 x 10 x 2,4 mm) da resina Lucitone 550 foram armazenados em água destilada a 37°C por 48±2,0 h. Decorrido esse período, 9 corpos-de-prova foram aleatoriamente selecionados e mantidos intactos, tendo sido designados como grupo controle. Outros 54 corpos-de-prova foram seccionados com disco diamantado para a remoção de 10 mm na região central. Em seguida, os corpos-de-prova foram divididos em seis grupos de acordo com os tratamentos superficiais propostos: I- sem tratamento; II- aplicação de monômero da resina Lucitone (polimetil metacrilato) por 180 s; III- aplicação de monômero da resina Kooliner (isobutil metacrilato) por 180 s; IV- aplicação de clorofórmio por 5 s seguido de lavagem com água destilada e secagem com ar comprimido; V - aplicação de acetona por 5 s seguida de lavagem com água destilada e secagem com ar comprimido; VI - aplicação com adesivo experimental por 5,0 s. De acordo com os autores, as resinas acrílicas quimicamente ativadas sem agentes de

ligação cruzada podem ser completamente dissolvidas em solventes orgânicos como a acetona. Dessa forma, como o material Kooliner não possui agentes de ligação cruzada, o adesivo experimental avaliado foi preparado a partir da mistura entre a resina Kooliner polimerizada e acetona (0,83 g/ 5,0 mL acetona). Após os tratamentos propostos, os corpos-de-prova foram reparados e mantidos em água destilada a 37°C por 48±2,0 h. Decorrido esse período, os testes de resistência à flexão em três pontos foram realizados. Não foram observadas diferenças significantes entre os corpos-de-prova tratados com monômero da resina Lucitone 550 ou clorofórmio, sendo que esses dois tratamentos proporcionaram resultados superiores aos obtidos para os outros grupos. Independente da condição experimental, os corpos-de-prova intactos (controle) apresentaram os maiores valores de resistência à flexão, obtidos nesse estudo.

Matsumura et al.<sup>45</sup>, em 2001, avaliaram clinicamente, após 1 ano de utilização, uma resina acrílica quimicamente ativada indicada para reembasamento imediato (Tokuso Rebase). Para o estudo, 50 pacientes foram selecionados e tiveram suas próteses reembasadas. Previamente ao reembasamento, as superfícies a serem reembasadas foram desgastadas com instrumento rotatório e, então, condicionadas com adesivo à base de diclorometano. Todas as próteses foram avaliadas imediatamente e após 1 ano do reembasamento, quanto à descoloração, delaminação, adaptação, manchamento e irritação aos tecidos orais. Após 1 ano de utilização clínica, somente uma prótese foi considerada insatisfatória em decorrência de manchamento.

Também no ano de 2001, Takahashi, Chai<sup>82</sup> avaliaram a resistência de união, por meio de testes de cisalhamento, entre diferentes resinas para bases de próteses e materiais reembasadores. Foram selecionados quatro polímeros de base (uma resina termicamente ativada convencional, uma processada em microondas, uma resina fluida quimicamente ativada e uma fotoativada) e quatro resinas para reembasamento (duas quimicamente ativadas e duas fotoativadas). As resinas de base foram polimerizadas em moldes cilíndricos de gesso com dimensões de 10 mm de altura por 8,0 mm de diâmetro. Em seguida, os cilindros de material de base foram incluídos em resina acrílica para permitir a adaptação à máquina de ensaios. Após polimento com lixa de granulação 600, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h. Decorrido esse período, uma fita adesiva com orifício de 5,0 mm de diâmetro foi posicionada sobre a superfície de resina de base e um cilindro de teflon com 5,0 mm de diâmetro interno e 5,0 mm de altura foi posicionado sob o orifício. Os materiais de reembasamento foram inseridos no interior dos cilindros e polimerizados, seguindo as recomendações do fabricante. Previamente aos testes, todos os corpos-de-prova foram armazenados em água por quatro meses. Em seguida, 10 corpos-de-prova de cada grupo foram submetidos à termociclagem. A média de resistência de união entre os polímeros de base e os materiais reembasadores variaram do menor valor entre a resina de base Triad e o material Rebaron (4,7 MPa) ao maior valor entre Palapress e Rebaron (15,2 MPa). A resistência de união entre os polímeros reembasadores e o material de base Triad foi geralmente menor que com os outros materiais de base. De acordo com os autores, esses resultados

poderiam ser atribuídos à alta quantidade de ligações cruzadas do material Triad, que apresenta em sua composição uretano-dimetacrilato e copolímero acrílico. Os autores concluíram que o tipo de polímero do material de base e do material reembasador pode ter influenciado os resultados de resistência de união.

Ainda em 2001, esses mesmo autores<sup>85</sup> avaliaram a influência de 5 diferentes tratamentos de superfície sobre a resistência de união entre 3 resinas para reembasamento e uma resina para base de prótese. Tem sido sugerido que a resistência de união entre a resina de reembasamento e a resina para base da prótese afeta diretamente a propriedade mecânica da prótese reembasada. A união do material reembasador ao polímero da prótese depende da capacidade do monômero do material reembasador em penetrar no polímero da resina de base e estabelecer uma cadeia polimérica de entrelaçamento. Na tentativa de melhorar a união, os fabricantes recomendam o desgaste da superfície da prótese ou a aplicação de agentes adesivos próprios que acompanham a resina para reembasamento. Neste estudo, foram confeccionados corpos-de-prova (10 mm de altura x 8,0 mm de diâmetro) da resina acrílica termicamente ativada Lucitone 199, cujas superfícies foram polidas com lixa de granulação 600, sendo, a seguir, armazenados em água à 37°C por 30 dias. Os corpos-de-prova foram divididos em 6 grupos: 1- não-tratados (controle); 2- tratados com diclorometano; 3- tratados com o monômero da resina de base, 4- tratados com o agente de união ou o monômero do material reembasador; 5- polido com lixa de granulação 240; 6- submetido à abrasão com ar e partículas de óxido de alumínio (50µm). A área a

ser reembasada foi delimitada com fita circular e matriz de teflon (5,0 mm de altura x 5,0 mm de diâmetro), na qual os materiais reembasadores (Kooliner, Triad VLC Reline Material, GC Reline) foram inseridos. Todos os corpos-de-prova foram armazenados em água à 37°C por 1 dia e termociclados entre 4,0 e 60°C durante 1,0 min por 10.000 ciclos previamente aos testes de cisalhamento. Não houve diferença significativa na resistência de união entre os materiais reembasadores para os corpos-de-prova não tratados. Nenhum tratamento de superfície alterou significativamente a resistência de união do material Kooliner. A aplicação do monômero do Kooliner proporcionou menor resistência de união quando comparado aos outros tratamentos de superfície. Para a resina Triad VLC houve aumento na resistência de união quando foi aplicado o próprio agente adesivo, quando comparado à utilização do monômero ou da abrasão com ar, que foram iguais entre si. Esses 3 tratamentos foram superiores ao grupo controle. A utilização do diclorometano ou da lixa não alterou significativamente a resistência de união comparada com o grupo não tratado. Todos os tratamentos de superfície avaliados melhoraram a resistência de união do material GC Reline. A alteração mais significativa foi observada com a aplicação do monômero da resina de base e do agente de união da própria resina GC. Para a resina Kooliner, o maior valor de resistência de união foi observado com o tratamento com diclorometano (5,6 MPa), enquanto a aplicação do agente adesivo e do monômero da resina de base proporcionaram os maiores valores para os materiais Triad (13,4 MPa) e GC Reline (12,9 MPa), respectivamente. A resistência de união da resina Kooliner tratada com o diclorometano foi menor quando comparada com aquela obtida com

a aplicação do agente de união para a resina Triad e com o tratamento com o monômero da resina de base para o material GC Reline. Todas as falhas apresentadas pelos corpos-de-prova foram do tipo adesiva.

Stipho, Talic<sup>80</sup>, em 2001, avaliaram a resistência à tração e ao cisalhamento de três resinas para base de prótese quando reparadas com um material reembasador ativado por luz (VLP). Os valores obtidos foram comparados com aqueles obtidos por meio de reparos realizados com resina acrílica quimicamente ativada. Os materiais utilizados foram uma resina de base fotoativada Triad VLP, uma resina acrílica à base de polimetil metacrilato (PMMA) e uma resina de polimetil metacrilato reforçada por fibra de vidro (GF-PMMA). Os materiais de reparo avaliados foram o material reembasador Triad VLP e uma resina acrílica quimicamente ativada. Para os testes de tração, corpos-de-prova (50 x 6,0 x 2,0 mm) das resinas de base foram confeccionados, seccionados e posicionados em dispositivo para manter um espaço de 2,0 mm entre as extremidades. Os corpos-de-prova da resina Triad VLP foram unidos com a resina para reembasamento Triad VLP. Os corpos-de-prova de PMMA (com e sem reforço) foram unidos com a resina para reembasamento Triad VLP ou com a resina quimicamente ativada. Todos os corpos-de-prova permaneceram em água destilada por 48 h antes de serem submetidos aos ensaios mecânicos. A avaliação da resistência ao cisalhamento foi realizada com a confecção de quatro novos grupos (A-D) de corpos-de-prova (25 x 6,0 x 2,0 mm). A superfície de união de cada corpo-de-prova (6,0 x 4,0 mm) foi preparada pela aplicação do monômero da

resina Lucitone 199. Foi aplicada uma camada de 1,0 mm de espessura de material reembasador VLP e as superfícies foram superpostas. O material de reparo foi polimerizado e, em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados em água por 48 h, previamente aos ensaios mecânicos. Os grupos avaliados foram: Grupo A - Resina de base VLP / Resina de base VLP; Grupo B - Resina de base VLP / Resina de base de PMMA; Grupo C - Resina de base GF-PMMA / resina de base GF-PMMA; Grupo D - Resina de base de PMMA / resina de base de PMMA. Os resultados demonstraram que a resina de base Triad VLP obteve a maior resistência de união nos testes de tração, tanto antes como após o reparo com a resina de reembasamento VLP. A maior resistência ao cisalhamento foi proporcionada pela união entre o material reembasador VLP e a resina de base Triad VLP (Grupo A). Os menores valores foram verificados para o grupo C. Esses resultados podem ser atribuídos a uma possível quantidade maior de ligações cruzadas entre resinas similares e a uma baixa interação e falha de adesão e/ou coesão entre o material reembasador VLP e as resinas de base PMMA e GF-PMMA. Além disso, o material reembasador VLP pode não ter penetrado tão efetivamente nos corpos-de-prova de PMMA e GF-PMMA como a resina quimicamente ativada, que é mais fluida e apresenta maior escoamento

No ano seguinte, Machado et al.<sup>44</sup> avaliaram o efeito de um tratamento térmico na estabilidade dimensional do material reembasador Duraliner II, e compararam a alteração dimensional linear desse material com a resina acrílica para base de prótese Lucitone 550. Os materiais foram manipulados

e prensados em matriz de aço inoxidável (50 mm de diâmetro e 0,5 mm de altura) com pontos de referência (A, B, C e D). Para o material Duraliner II foram confeccionados 12 corpos-de-prova, divididos em dois grupos: grupo 1 –sem tratamento, e grupo 2 - tratamento térmico por imersão em água a 55°C por 10 min. Os 6 corpos da resina Lucitone (grupo controle) foram polimerizados em água a 71°C por 9,0 h. Um comparador ótico Nikon foi utilizado para mensurar a distância entre os pontos de referência (AB e CD) na matriz de aço inoxidável e nos corpos-de-prova. As medidas foram realizadas após processamento e após os corpos-de-prova terem sido armazenados em água destilada a 37°C por 8 diferentes períodos de tempo (24, 48, 72, 96 h, 7 dias, 14 dias, 1 mês e 2 meses). Os resultados revelaram que as dimensões de todos os corpos-de-prova foram menores que a matriz, refletindo assim a contração de polimerização. Os resultados revelaram também que o material reembasador Duraliner II, avaliado com e sem tratamento térmico, exibiu aumento contínuo da contração após armazenagem para todos os períodos estudados. Assim, os corpos-de-prova da resina Duraliner II exibiram maior contração que a resina Lucitone 550 após 60 dias de armazenagem em água. Além disso, os valores de alteração dimensional da resina Duraliner II foram maiores que aqueles relatados para resinas quimicamente ativadas convencionais. Esses resultados foram relacionados com as diferenças na composição química, maior proporção líquido/pó com consequente conteúdo maior de monômero residual e conversão contínua desse monômero em polímero. Para a resina Duraliner II, os resultados demonstraram que a absorção de água não foi suficiente para causar expansão maior que a

contração inicial e, dessa forma, uma contração final significativa foi observada. Os resultados revelaram que o tratamento térmico afetou a alteração dimensional, com os corpos-de-prova imersos em água a 55°C por 10 min exibindo maior contração imediatamente após o processamento e menor contração após a imersão em água. A maior contração inicial observada para os corpos submetidos a tratamento térmico poderia estar relacionada ao aumento na conversão induzida pelo tratamento térmico. E a menor contração dos corpos submetidos a tratamento térmico, após a imersão em água, poderia ser explicada pela redução de monômero residual contido dentro do material, o que pode ter promovido maior absorção de água, resultando em maior expansão dos corpos-de-prova tratados termicamente. Foi verificado, ainda, que após a armazenagem em água, a resina Lucitone 550 apresentou expansão que, compensou parcialmente, a contração após o processamento.

Murata et al.<sup>51</sup> também em 2002, investigaram se a utilização de materiais rembasadores macios com propriedades viscoelásticas promoveria função mastigatória mais eficiente. Para isso, o módulo de armazenamento por cisalhamento ( $G'$ ), o módulo de perda ( $G''$ ) e a tangente de perda ( $\tan \delta$ ) de 6 resinas foram determinados por análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA). Além disso, a função mastigatória de seis pacientes foi avaliada por meio da mensuração da força máxima de oclusão, frequência e número de ciclos mastigatórios. Os autores verificaram que os materiais com alto  $\tan \delta$  e  $G'$  promoveram função e frequência mastigatória mais satisfatória para pacientes

com a necessidade de utilizar reembasadores resilientes temporários em suas próteses.

Polat et al.<sup>61</sup>, em 2003, avaliaram a sorção e solubilidade de água e a estabilidade dimensional de duas resina acrílicas para base de prótese, uma convencional e outra injetável, após reforço com fibras de vidro. Foram utilizadas diferentes concentrações (1, 3 e 5,0%) e comprimentos (4, 6 e 8,0 mm) da fibra de vidro E-glass na massa polimérica. Para avaliar a sorção e solubilidade em água as amostras foram inicialmente dessecadas e armazenadas em água por 90 dias. As leituras de alteração dimensional foram realizadas após os corpos-de-prova terem sido: 1- polimerizados, 2- dessecados em vácuo durante 4 dias, 3- armazenados em água a 37°C durante 15 dias e 4- armazenados em água a 37°C durante 30 dias. A sorção de água e solubilidade em água da resina injetável foi menor em comparação àquela produzida pela resina convencional (prensada). As fibras de vidro curtas (4,0 mm) diminuíram a sorção de água e solubilidade e não comprometeram a estabilidade dimensional das resinas avaliadas.

A influência da absorção de água sobre a resistência de união de uma resina para base de prótese (Lucitone 199) unida a diferentes resinas quimicamente ativadas, com ou sem ciclagem térmica foi avaliada por Minami et al.<sup>48</sup>, no ano de 2004. Foram confeccionados corpos-de-prova da resina Lucitone 199, em forma de discos (12 x 3 mm) e divididos em 3 grupos: 1) corpos-de-prova saturados com água (controle), 2) corpos-de-prova saturados com água e secagem

superficial por jato de ar e 3) desidratação completa. Além disso, essas amostras foram submetidas a três tratamentos superficiais: 1) sem tratamento algum, 2) abrasão a ar com partículas de óxido de alumínio (50 µm) ou 3) aplicação de solvente orgânico (diclorometano). Em seguida, essas resinas foram reparadas (5,0 mm de diâmetro na área de união) com as resinas quimicamente ativadas (Repair Material- resina para reparo e Tokuso Rebase- resina para reembasamento). A ciclagem térmica foi realizada por meio de 50.000 ciclos entre as temperaturas de 4,0 e 60°C, com intervalos de 1,0 min. Os ensaios de resistência de união foram realizados por meio de cisalhamento em máquina de ensaios mecânicos (1,0 mm/min). A resistência de união das amostras da resina para base de prótese reparada com a resina Repair, quando tratadas com abrasão a ar, não foi influenciada nem pela termociclagem nem pelo conteúdo de água nas amostras. Por outro lado, quando o reparo foi realizado com a resina Tokuso Rebase foi observada uma diminuição significativa na resistência de união, após termociclagem, independentemente do tratamento superficial e do conteúdo de água. Quando os corpos-de-prova foram saturados por água e tratados com diclorometano, a resistência de união entre os materiais foi significativamente superior em relação àquela observada para os corpos-de-prova desidratados e submetidos à ciclagem térmica.

O estudo realizado por Rahal et al.<sup>64</sup>, em 2004, avaliou a influência dos métodos de polimento sobre a sorção de água e solubilidade de resinas acrílicas termicamente ativadas para base de prótese. Foram confeccionadas 80

amostras, divididas nos seguintes grupos: Clássico (CL), e QC 20 (QC) - polimerização por banho de água aquecida; Acron MC (AC), e Onda Ceryl (ON) - polimerização por microondas; submetidas ao polimento mecânico (PM) com pasta de pedra pomes e branco de Espanha ou polimento químico (PQ) com pasta específica. O polimento mecânico promoveu menor solubilidade para as resinas acrílicas. Inicialmente, os valores de sorção de água foram maiores para as amostras polidas quimicamente. Entretanto, após 4 semanas todas as amostras apresentaram sorção semelhante entre si. Um dos fatores que contribuíram para os baixos valores iniciais de sorção de alguns materiais, como a resina Acron MC, foi a presença de agentes de ligação cruzada que diminuíram os espaços intersticiais intermoleculares e dificultam a sorção de moléculas de água.

As propriedades térmicas dinâmico-mecânicas de 6 resinas indicadas para base de prótese foram avaliadas e comparadas por Phoenix et al.<sup>59</sup>, em 2004. Além disso, os autores avaliaram outras propriedades como sorção de água, solubilidade, estabilidade de cor, adaptação, resistência à flexão e dureza. A calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise térmica dinâmico-mecânica foram utilizadas para definir a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ). Para a DMTA, um corpo-de-prova de cada material (65 x 10 x 2,5 mm) foi confeccionado e armazenado em água a  $37 \pm 2,0^\circ\text{C}$  por 50 h. Durante a realização da análise, cada corpo-de-prova foi submetido à flexão em 3 pontos, com frequência de 1,0 Hz e velocidade de aquecimento de  $5,0^\circ\text{C}/\text{min}$ . Todos os materiais cumpriram com a especificação nº. 12 da Associação Dentária Americana para sorção de água,

solubilidade e estabilidade de cor. As resinas polimerizadas por microondas promoveram melhores resultados de adaptação do que as resinas termicamente ativadas convencionais. De acordo com os resultados de flexão, as resinas para microondas foram relativamente mais rígidas que àquelas de alto impacto. A DSC indicou que as resinas ativadas por microondas apresentaram polimerização mais completa do que as resinas convencionais termicamente ativadas, devido à baixa exotermia apresentada. A  $T_g$  dos materiais foi de aproximadamente 100°C. Os resultados de DMTA foram compatíveis com aqueles de flexão, indicando que quanto maior o valor do módulo elástico, mais rígido era o material. Os autores concluíram que as resinas polimerizadas por microondas demonstraram melhor adaptação, maior rigidez e dureza superficial; enquanto que as resinas de alto impacto apresentaram menor rigidez, dureza superficial e valores de  $T_g$  (96°C).

No mesmo ano, Kim, Watts<sup>40</sup> investigaram o comportamento exotérmico, durante polimerização, de polímeros utilizados para a confecção de restaurações provisórias em prótese parcial fixa. Foram utilizados três materiais baseados em dimetacrilatos e um material baseado em monômero monofuncional. As mensurações de temperatura foram realizadas a partir da temperatura ambiente (23°C) em uma matriz com moldes de 3,0 mm de altura e 7,0 mm de diâmetro, por meio da utilização de termopar do tipo K. As variáveis registradas foram o pico de temperatura durante polimerização, o tempo para atingir esse pico e a área total de cada curva tempo x temperatura. Os materiais produziram elevação de temperatura variando entre 5,1 e 12,7°C. Todos os materiais produziram áreas

diferentes nos gráficos de tempo x temperatura. O tempo para atingir o pico de temperatura foi de aproximadamente 10 min para o material metacrílico e de aproximadamente 2 min para os materiais à base de dimetacrilatos.

Sideridou et al.<sup>77</sup>, também em 2004, estudaram as características do coeficiente de expansão térmica de resinas compostas através da análise termomecânica (TMA). A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) dos materiais variou de 35 a 47°C. Segundo os autores, o coeficiente de expansão térmica das resinas pode ser afetado pela estrutura química da matriz polimérica. O aquecimento dos corpos-de-prova proporciona aumento da mobilidade das moléculas de monômero residual, que se encontram estacionados na matriz polimérica, aumentando assim, o grau de conversão. Como resultado, a  $T_g$  aumenta e o coeficiente de expansão térmica diminui. Após armazenagem dos corpos-de-prova em água destilada por 7 dias, TMA mostrou que a água presente no interior da matriz polimérica pode atuar como plastificante e reduzir a  $T_g$ , conseqüentemente o coeficiente de expansão térmica da resina é aumentando.

Neste mesmo ano, o estudo realizado por Wendl et al.<sup>98</sup> teve como objetivo comparar o grau de conversão de um compósito polimerizado por diferentes fontes de luz (halógena, halógena de alta intensidade, xenônio, arco de plasma e lâmpadas diodo-LED). Para isso, foi utilizada espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier com acessório para reflexão total atenuada (FTIR-ATR). Os resultados indicaram que os tempos de polimerização

recomendados para todas as lâmpadas avaliadas produziram grau de conversão satisfatório (aproximadamente 60%), não ultrapassando 66% em períodos maiores de exposição à luz. De acordo com os autores o método de análise utilizado (FTIR-ATR) é bastante útil para análise superficial de materiais que apresentem dificuldade para as análises convencionais de infravermelho por transmissão.

Em 2005, Alves et al<sup>1</sup>., avaliaram os processos de relaxação da cadeia polimérica do polimetil metacrilato (PMMA) sintetizado com diferentes quantidades de agente de ligação cruzada. O agente de ligação cruzada utilizado foi o etileno glicol dimetacrilato (EGDMA), em concentrações de 0,5 a 9,0%. A calorimetria exploratória diferencial (DSC) foi utilizada para a determinação da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e dos processos de relaxação do PMMA. Segundo os autores, o aumento do conteúdo de agente de ligação cruzada promoveu o aumento da  $T_g$  em aproximadamente 12<sup>o</sup>C. Quando a quantidade de agente de ligação cruzada aumenta, o efeito do tratamento térmico determinado no polímero torna-se menos pronunciado, em função da redução da capacidade calorífica do PMMA e do impedimento da movimentação do segmento da cadeia imposto pelo agente de ligação cruzada.

Neste mesmo ano, Vergani et al.<sup>95</sup> avaliaram o efeito da complementação térmica de polimerização em microondas sobre a resistência à flexão de uma resina para base de prótese (Lucitone 550- L) e 4 resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato (Kooliner- K, Duraliner II-

D, Ufi Gel Hard C- UGH e Tokuso Rebase Fast- T). Os corpos-de-prova (64 x 10 x 3,3 mm) foram confeccionados e submetidos à irradiação em microondas utilizando-se 9 diferentes combinações potência/tempo de exposição. As potências utilizadas foram 500 W, 550 W e 650 W, com tempos de irradiação de 3, 4 e 5 min. Os ensaios de resistência à flexão foram realizados com velocidade constante de 5,0 mm/min. Quando comparado ao grupo controle, a resistência flexural das resinas K (550 W ou 650 W/5 min) e D (650 W/3, 4 ou 5 min) aumentou significativamente após a irradiação por microondas. A resistência à flexão das resinas T, UGH e L não foi alterada após os tratamentos térmicos em microondas. De maneira geral, os materiais T, UGH e L produziram resistência à flexão semelhante entre si e maiores do que àquela exibida pelos materiais K e D. Segundo os autores, o aumento da resistência à flexão observado nos materiais K e D podem estar relacionados com a absorção de energia das moléculas de monômero residual retidas no interior do polímero, a qual foi suficiente para possibilitar o seu deslocamento em direção aos radicais livres presentes.

Pavarina et al.<sup>56</sup>, também em 2005, avaliaram o efeito da desinfecção em microondas sobre a resistência à flexão de cinco resinas quimicamente ativadas indicadas para reembasamento imediato (Kooliner- K, Duraliner II- D, Tokuso Rebase Fast- T, Ufi Gel Hard- U e New Truliner- N) e de uma resina termicamente ativada para base de prótese (Lucitone 550). Foram confeccionados 32 corpos-de-prova (64 x 10 x 3,3 mm) para cada material e divididos em quatro grupos experimentais com 8 cada. Os testes foram realizados

após a polimerização dos materiais, após dois ciclos de desinfecção em microondas (650 W/ 6 min), após 7 dias de armazenagem em água destilada a  $37\pm 1^{\circ}\text{C}$  e após 7 ciclos de desinfecção em microondas (650 W/ 6 min), obtidos em dias consecutivos. Foram realizados testes de flexão em 3 pontos, tendo sido a resistência máxima dos materiais (MPa) registrada. O material T exibiu resistência à flexão superior àquela dos materiais K e U, que apresentaram resistência estatisticamente semelhante entre si e superior à do material N. A menor média de resistência à flexão foi produzida pelo material D. Após dois ciclos de desinfecção em microondas, observou-se um aumento na resistência à flexão dos materiais K e L. Os materiais K e N exibiram aumento na resistência à flexão após uma semana de irradiação em microondas. A resistência à flexão dos materiais U (após 2 e 7 ciclos) e D (após 7 ciclos) foi comprometida após os procedimentos de desinfecção utilizados. Por outro lado, a resistência à flexão do material T não foi alterada após os ciclos de desinfecção em microondas.

No ano seguinte, Gonçalves et al.<sup>29</sup> avaliaram o efeito da desinfecção por imersão em perborato de sódio e da irradiação por microondas sobre a alteração dimensional linear de uma resina para base de prótese (Lucitone 550- L) e de 4 resinas rígidas para reembasamento imediato (Kooliner- K, New Truliner- NT, Tokuso Rebase Fast- T e Ufi Gel Hard- U). Quarenta e oito corpos-de-prova (50 x 0,5 mm) foram confeccionados para cada material, utilizando-se um molde com 4 pontos de referência. A distância entre os pontos foi mensurada antes e após cada condição experimental. Os corpos de prova foram avaliados

após acabamento, 7 dias de armazenagem em água, 2 e 7 ciclos de irradiação diária por microondas (650W/ 6 min) e após 2 e 7 dias de imersão em solução de perborato de sódio (50°C/ 10 min). Segundo os autores, a estabilidade dimensional dos materiais avaliados não foi comprometida após a imersão em solução química, com exceção da resina NT que demonstrou aumento na média da alteração linear (contração) após 2 ciclos de desinfecção. A irradiação por microondas aumentou a média da alteração linear de L (-1,43%), NT (-1,27%) e K (-1,06%). De acordo com os autores, o processo de difusão do monômero residual para a água foi acelerado durante a irradiação por microondas, resultando na pós-polimerização dos materiais, seguida da contração dos mesmos. O material K contraiu após 2 ciclos de irradiação. Por outro lado, não houve alteração no mesmo após 7 ciclos. Neste caso, a expansão promovida pela presença de água absorvida no material deve ter compensado o efeito de contração durante a irradiação consecutiva por microondas. Os materiais T (-0,21%) e U (-0,47%) não foram comprometidos pelos processos de desinfecção devido à presença dos agentes de ligação cruzada dimetacrilato, que promovem alto grau de conversão em relação aos monômeros monofuncionais contidos nas resinas NT e K.

Também em 2006, Seo et al.<sup>71</sup> determinaram a resistência de bases de próteses intactas e reembasadas submetidas à ciclagem mecânica e/ou térmica. Para isso, duas resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato (Tokuyama Rebase Fast II- TRII e New Truliner- NT) e uma resina termoativada para base de prótese (Acron MC- AC) foram utilizadas. A partir de um modelo de

latão, simulando um arco edêntulo maxilar, um molde em silicone foi obtido e modelos de gesso tipo III foram confeccionados. Para a confecção das bases de próteses intactas o padrão metálico foi encerado com espessura de 3,0 mm e uma nova moldagem de silicone foi realizada. Sobre esse molde foi vertida cera liquefeita e, logo em seguida, um modelo de gesso foi posicionado sobre o molde. Os modelos foram, individualmente, incluídos em mufla e, após uma hora, a mufla foi imersa em água em ebulição para eliminação da cera. A resina de base foi manipulada, inserida nas muflas e processada em microondas. Após polimerização da resina, as bases foram armazenadas em água a 37°C por 50 h, previamente aos ensaios mecânicos. Para as bases de prova reembasadas o padrão metálico foi aliviado com 1,0 mm de cera e moldado com silicone. Para obter as bases de 2,0 mm, cera liquefeita foi vertida dentro do molde previamente utilizado para confeccionar as bases de 3,0 mm. Posteriormente, o modelo aliviado foi posicionado no molde e a base encerada foi reproduzida. Os modelos aliviados com 2,0 mm de cera foram, então, incluídos em mufla. Cinquenta e seis bases foram confeccionadas para os procedimentos de reembasamento que foram realizados após armazenamento das bases em água a 37°C por 50 h. Para o reembasamento, as bases retornaram ao modelo padrão, foram seladas com cera, incluídas em mufla e a cera eliminada. A superfície interna foi limpa com detergente líquido por 20 s, lavada com água destilada, seca e tratada de acordo com as orientações do fabricante. As amostras foram divididas em 4 grupos (n=7): sem ciclagem (controle), ciclagem mecânica, ciclagem térmica e ciclagem térmica seguida de ciclagem mecânica. Na ciclagem térmica as amostras foram

submetidas a 5000 ciclos entre 5,0 e 55°C. As amostras do grupo da ciclagem mecânica foram submetidas a 10.000 ciclos com a carga máxima de 150 N e o mínimo de 1,0 N e frequência de 0,8 Hz. Após a ciclagem, uma carga foi aplicada na superfície interna da base, na região de pré-molares e 1° molar, até a fratura. As bases reembasadas com NT apresentaram menores valores de carga máxima e energia de fratura em comparação às bases reembasadas com TRII. A ciclagem térmica diminuiu significativamente a força máxima de fratura das bases reembasadas com TRII. A carga máxima de fratura e a energia de fratura das bases intactas também foram significativamente menores após a ciclagem térmica. A ciclagem mecânica diminuiu a força máxima para a fratura, a energia de fratura e deflexão de fratura para as amostras intactas e reembasadas com TRII. A resina NT não se alterou após a ciclagem mecânica. Apesar dessas diferenças, ambos os materiais reembasadores permitiram a obtenção de resistência semelhante após ciclagem mecânica. As ciclagens, térmica e mecânica, exerceram efeitos deletérios na resistência das bases das próteses intactas e/ou reembasadas, variando de acordo com o material reembasador utilizado.

Mesquita, Geis-Gerstorfer<sup>47</sup>, neste mesmo ano, determinaram as propriedades viscoelásticas de 4 resinas compostas através da análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA). Uma faixa de temperatura de 0 a 200°C com taxa de aquecimento de 3,0°C/min foi utilizada, pois poderia abranger a temperatura da cavidade bucal e a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) dos materiais. A frequência de 1,0 Hz foi utilizada para simular a frequência mastigatória. Os

compósitos foram testados imediatamente após o processamento, armazenagem em água e a seco a 37°C por períodos de até 90 dias. Os resultados demonstraram que a pós-polimerização e o agente de ligação cruzada reduziram a mobilidade dos segmentos da cadeia molecular, aumentando o módulo de armazenamento ( $E'$ ) e reduzindo o amortecimento mecânico ( $\tan \delta$ ) dos materiais até o estabelecimento do equilíbrio dinâmico. A presença de água no interior dos materiais atuou como plastificante, facilitando a movimentação molecular e, conseqüentemente, reduziu a  $T_g$  dos mesmos. Segundo os autores, as alterações nas propriedades viscoelásticas dos compósitos durante o aquecimento promovido pela DMTA foram representativas da estrutura e composição química dos mesmos, bem como do conteúdo de monômero residual, plastificantes, sorção de água e grau de conversão. Em temperaturas elevadas houve redução de  $E'$  e aumento de  $\tan \delta$ . Porém, nas situações clínicas, onde a temperatura é baixa, não é esperado que as propriedades avaliadas sejam alteradas. Os autores concluíram que nas situações clínicas os materiais se tornarão mais rígidos após polimerização inicial na temperatura da cavidade bucal, estando mais susceptíveis ao processo de pós-polimerização.

Meloto et al.<sup>46</sup>, em 2006, avaliaram a sorção de água em resinas termicamente ativadas processadas em banho de água em muflas monomaxilares ou bimaxilares e em microondas em muflas bimaxilares. Cinquenta corpos-de-prova (50 x 0,5 mm) foram confeccionados de acordo com a ADA nº. 12 e divididos em 3 grupos: 1- resinas processadas em banho de água utilizando muflas

convencionais metálicas (monomaxilares), 2- resinas processadas em microondas utilizando muflas bimaxilares de PVC e 3- resinas processadas em banho de água utilizando muflas bimaxilares metálicas. Os autores verificaram que a utilização da energia de microondas e muflas bimaxilares de PVC não influenciou a sorção de água em relação ao processamento em muflas monomaxilares. Por outro lado, a polimerização das resinas em muflas bimaxilares metálicas, aquecidas em banho de água, diminuiu os valores de sorção de água. Dessa forma, os autores sugerem que houve inadequada polimerização, tendo em vista que as moléculas de água preenchem os espaços entre as cadeias intermoleculares, em maior quantidade nos polímeros com menor grau de polimerização. Apesar das diferenças entre os grupos estudados, os autores observaram que os valores de sorção foram situados dentro dos limites recomendados pela ISSO 1567. Nessas condições, a sorção pode ser considerada favorável devido à possibilidade de haver compensação da contração de polimerização dos materiais por meio da expansão promovida pelas moléculas de água.

O estudo de Campanha et al.<sup>18</sup>, em 2006, avaliou a influência do tratamento pós-polimerização em banho de água e irradiação por microondas sobre a citotoxicidade de 6 resinas acrílicas para reembasamento imediato. Os materiais avaliados foram Tokuso Rebase Fast (TR), UFI Gel Hard (UGH), Duraliner II (D), Kooliner (K), New Truliner (NT) e Light Liner (LL). As amostras da resina LL foram adicionalmente avaliadas após terem sido revestidas por uma barreira de ar (LLABC). Nove corpos-de-prova circulares (10 x 1,0 mm)

foram confeccionados para cada material sendo, em seguida, divididos em 3 grupos: grupo 1 (sem tratamento pós-polimerização), grupo 2 (tratamento pós-polimerização em microondas), grupo 3 (Tratamento pós-polimerização em banho de água 55°C por 10 min). Após a realização dos tratamentos, as amostras foram esterilizadas. As células L929 foram cultivadas em placas de 96 wells em meio de cultura Eagle e incubadas por 24 h. Os extratos foram obtidos a partir da colocação dos corpos-de-prova em tubos de ensaio contendo 9,0 mL de meio de cultura Eagle, incubado a 37°C por 24 h. Para controle negativo, um tubo de ensaio contendo meio de cultura foi incubado nas mesmas condições. Para avaliar a citotoxicidade foram realizados os testes do MTT e da incorporação do radioisótopo 3H-Timidina. De acordo com os resultados do teste MTT, os tratamentos térmicos pós-polimerização não promoveram efeito sobre a citotoxicidade dos materiais avaliados. Quanto ao teste do 3H-Timidina, os tratamentos térmicos pós-polimerização reduziram significativamente a citotoxicidade da UGH. A citotoxicidade das resinas K, NT, LL, e LLABC aumentaram após a irradiação microondas. TR, NT e LLABC produziram aumento na citotoxicidade após banho de água. Quando os materiais foram avaliados pelo teste MTT, a citotoxicidade dos materiais não foi comprometida pelos tratamentos pós-polimerização. Entretanto, a análise do 3H-Timidina demonstrou melhora para a resina UGH após os tratamentos pós-polimerização, enquanto que, para as demais resinas, não houve redução da citotoxicidade.

Reis et al.<sup>65</sup>, ainda em 2006, avaliaram o efeito do reembasamento, da ciclagem mecânica e da armazenagem em água sobre a resistência à flexão de uma resina acrílica para base de prótese (Lucitone 550- L). Para isso, lâminas da resina L (64 x 10 x 2,0 mm) foram confeccionadas e reembasadas (1,3 mm) com 4 reembasadores quimicamente ativados (Kooliner-K, Ufi Gel Hard-UGH, Tokuso Rebase Fast-TR e New Truliner-NT). Além disso, foram confeccionados corpos-de-prova a partir do reembasamento com a própria resina de base (L-L) e corpos-de-prova intactos da resina L. Quarenta corpos-de-prova (64 x 10 x 3,3 mm) foram confeccionados para cada combinação entre os materiais e divididos em 4 grupos (n=10). Os corpos-de-prova foram submetidos aos testes de flexão nas seguintes condições: após polimerização (G1); após armazenagem em água destilada a  $37\pm 1^\circ\text{C}$  por 30 dias (G2); após ciclagem mecânica flexural de 10.000 ciclos com frequência de 5,0 Hz (G3) e após armazenagem em água a  $37^\circ\text{C}$  por 30 dias, seguida de ciclagem mecânica (G4). Os testes de flexão em 3 pontos foram realizados com velocidade constante de 5,0 mm/min. A resistência à flexão (MPa) foi calculada na força máxima de ruptura ( $R_M$ ) e no limite de proporcionalidade ( $R_P$ ). Houve aumento significativo da  $R_M$  das amostras L-UGH (50,64 MPa) e L-TR (57,36 MPa), após armazenagem em água. Foi observado, ainda, que a armazenagem em água aumentou significativamente a  $R_P$  da combinação L-TR (24,21 MPa). L-L produziu os maiores valores de  $R_M$  e  $R_P$ , seguida por L intacto. Após armazenagem em água, L-TR exibiu maiores valores de  $R_M$  e  $R_P$  que L-K, L-UGH e L-NT. A ciclagem mecânica diminuiu a  $R_M$  e a  $R_P$  de todos os materiais. Concluiu-se que a armazenagem em água aumentou a  $R_M$  das amostras

L-UGH e L-TR e a  $R_p$  da combinação L-TR. O reembasamento mediato (L-L) produziu os maiores valores de  $R_M$  e  $R_p$ . A ciclagem mecânica diminuiu a  $R_M$  e a  $R_p$  de todas as amostras avaliadas.

No ano seguinte, Murata et al.<sup>50</sup> compararam as propriedades térmicas dinâmico-mecânicas entre 8 resinas rígidas para reembasamento imediato (quimicamente ativadas e fotoativadas) e 2 resinas para base de prótese termicamente ativadas. Para a análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA), no modo de tração, foram confeccionados 5 corpos-de-prova de cada material (40 x 7,0 x 2,0 mm), armazenados em ar a 23°C por 24 h. Uma tensão de 0,05 % foi aplicada baseando-se na teoria da viscoelasticidade linear dos materiais, tendo a frequência variado de 0,1 a 100 Hz. Os valores do módulo de armazenamento ( $E'$ ), módulo de dissipação viscosa ( $E''$ ) e amortecimento ( $\tan \delta$ ), na frequência de 1,0 Hz, foram registrados. Os valores de  $E'$ , de 3 resinas fotoativadas tipo pasta, foram significativamente maiores do que as demais 5 resinas para reembasamento. Os valores de  $E'$  das resinas para reembasamento variaram de 0,63 a 3,17 GPa, tendo sido significativamente menores do que os valores das resinas para base de prótese, que variaram de 6,37 a 6,88 GPa. A maioria dos reembasadores exibiu valores de  $E''$  significativamente menores do que os valores dos materiais para base de prótese. Os valores de  $\tan \delta$  das resinas termicamente ativadas foram menores em relação à maioria das resinas para reembasamento. Os autores relataram que as propriedades térmicas dinâmico- mecânicas dos polímeros são influenciadas pela imersão em água, ciclagem térmica, força mastigatória e

composição química como peso molecular, tipo e quantidade de monômero e agente de ligação cruzada. A baixa quantidade de agente de ligação cruzada pode resultar em maior flexibilidade da cadeia polimérica dos reembasadores. Um reembasador “ideal” demonstraria alto valor de  $E'$  e baixo valor de  $\tan \delta$ . Os autores concluíram, ainda, que na frequência de 1,0 Hz as resinas rígidas para reembasamento imediato produziram maior viscosidade e flexibilidade em relação às resinas para base de prótese.

Também em 2007, Seó et al.<sup>72</sup> realizaram um estudo com o objetivo de avaliar o efeito de 2 tratamentos térmicos sobre as propriedades mecânicas de resistência à flexão e dureza de uma resina termicamente ativada (Lucitone 550- L) e 4 reembasadores imediatos quimicamente ativados (Kooliner- K, Duraliner II- D, Ufi Gel Hard C- UGH e Tokuso Rebase Fast- TR). Os corpos-de-prova (64 x 10 x 3,3 mm) foram confeccionados seguindo as instruções dos respectivos fabricantes. Os tratamentos térmicos utilizados foram: banho de água a 55°C durante 10 min (resinas quimicamente ativadas), banho de água a 55°C por uma hora (resina termoativada) e irradiação em microondas (L- 550 W/ 3,0 min, TR- 500 W/ 5,0 min, UGH- 550 W/ 4,0 min, K- 550 W/ 5,0 min e D- 650 W/ 4,0 min). Os ensaios de resistência à flexão foram realizados, com velocidade constante de 5,0 mm/min. Para o teste de dureza foi utilizado um microdurômetro equipado com diamante Vickers. Nos grupos controle (sem tratamento térmico), as resinas UGH, TR e L produziram valores de resistência flexural estatisticamente iguais entre si e superiores aos produzidos pelas resinas K e D. O

material K apresentou aumento significativo nos valores de resistência à flexão após tratamento em banho de água. Além disso, os valores de dureza desse material foram aumentados após os dois tipos de tratamentos térmicos. A resistência à flexão das resinas TR e L aumentou significativamente após tratamento em microondas. Segundo os autores, esses resultados podem ser atribuídos à redução no conteúdo do monômero residual, que pode ocorrer por polimerização adicional ou difusão do monômero em água e pelas diferentes composições químicas dos materiais avaliados. Por outro lado, a resina L exibiu redução em sua resistência flexural após o tratamento térmico em banho de água. A resina UGH exibiu os maiores valores de dureza Vickers, enquanto que, os menores valores foram observados para as resinas D e K. Após os tratamentos térmicos, a resina L apresentou valores de dureza semelhantes aos do material UGH.

Ainda em 2007, Seo et al.<sup>73</sup> avaliaram a estabilidade dimensional de resinas de base de próteses intactas ou reembasadas, após a desinfecção por microondas. Um modelo padronizado, simulando um arco maxilar edêntulo foi confeccionado e utilizado para confeccionar bases de próteses com 2,0 e 4,0 mm de espessura (n=200), as quais foram processadas com resina termicamente ativada (Lucitone 550). As amostras de 2,0 mm de espessura (n=160) foram reembasadas com 2,0 mm de resinas quimicamente ativadas (Tokuso Rebase Fast-TR, Ufi Gel Hard- UGH, Kooliner- K ou New Truliner- NT). Cinco pinos foram dispostos sobre o rebordo do modelo padrão (3 na região anterior e um na região

posterior de cada lado do arco), servindo como pontos de referência para mensurar a estabilidade dimensional linear. A distância entre os pinos foi mensurada e a área (mm<sup>2</sup>) formada pelos pinos foi calculada. Durante a confecção das bases de prótese, os pinos foram transferidos para o entalhe localizado superfície das mesmas. A diferença entre a área determinada no modelo padrão e a área determinada nas amostras foi utilizada para calcular a porcentagem de alteração dimensional. As bases de próteses intactas e reembasadas foram divididas em 4 grupos (n=10) e avaliadas após: polimerização (grupo controle P), 1 ciclo de desinfecção por microondas (MW), desinfecção diária por microondas por 7 dias (grupo controle MW7) e armazenamento em água por 7 dias (WS7). A irradiação por microondas foi realizada a 650 W por 3 min. Os resultados das amostras intactas e reembasadas com K e NT mostraram aumento da contração após 1 e 7 ciclos de desinfecção por microondas. Com exceção das amostras reembasadas com K, as amostras intactas mostraram maior contração do que as amostras reembasadas após 7 ciclos de desinfecção por microondas. Segundo os autores, a irradiação por microondas aumentou a contração de amostras intactas ou reembasadas com NT e K, em função da pós-polimerização induzida pela irradiação por microondas. As resinas TR e UGH não foram alteradas pela irradiação por microondas, podendo estar relacionado ao alto conteúdo de agente de ligação cruzada dimetacrilato que promove maior grau de conversão em relação aos materiais compostos por monômeros monofuncionais.

No mesmo ano, Urban et al.<sup>88</sup> compararam a quantidade do monômero residual de 4 resinas rígidas para reembasamento imediato (Duraliner II- D, Kooliner- K, Tokuso Rebase Fast- TRF e Ufi Gel hard- UGH) e de uma resina termicamente ativada para base de prótese (Lucitone 550- L), a qual foi processada utilizando-se dois ciclos de polimerização (curto- LS e longo- LL). Além disso, o efeito de dois tratamentos pós-polimerização sobre o conteúdo de monômero residual também foi avaliado. Os corpos-de-prova (n=18) de cada material foram divididos em 3 grupos: 1- (controle GI) sem tratamento, 2- (GII) pós-polimerização por microondas e 3- (GIII) imersão em água a 55°C (resinas para reembasamento- 10 min; resinas de base de prótese L- 60 min). O monômero residual foi analisado por meio de cromatografia líquida de alta eficiência. Entre os corpos-de-prova do grupo controle houve diferença estatisticamente significativa, tendo sido os resultados ordenados da seguinte forma: K (1,52%) > D (0,85%) > UGH (0,45%) > LL (0,24%) > TRF (0,14%) > LS (0,08%). Esses resultados foram atribuídos às condições de polimerização dos materiais quimicamente ativados em relação aos materiais termicamente ativados, que possuem ciclo terminal de polimerização com temperatura elevada, o qual promove redução de monômero residual na resina polimerizada. A imersão em água quente (GIII) promoveu redução significativa de monômero residual para todos os materiais em relação ao controle (GI), com exceção das amostras LL. Os materiais K, UGH e TRF exibiram menor conteúdo de monômero residual após a irradiação por microondas (GII) em relação ao grupo controle. De acordo com os autores, a redução de monômero residual promovida pelos tratamentos de pós-

polimerização com banho em água e microondas melhorou as propriedades mecânicas das resinas para base de prótese e reembasamento, através da redução na quantidade de monômero residual.

Gonçalves et al.<sup>30</sup>, em 2007, avaliaram o efeito da desinfecção com clorexidina a 4,0%, perborato de sódio e irradiação por microondas (2 e 7 ciclos a 650 W/ 6 min) sobre a resistência de união por cisalhamento entre uma resina acrílica para base de prótese (Lucitone 550- L) e 4 resinas para reembasamento (Kooliner- K, New Truliner- NT, Tokuso Rebase fast- TR e Ufi Gel Hard- UGH). Para os procedimentos de desinfecção química também foram utilizados 2 ou 7 ciclos de desinfecção. Foi avaliada, ainda, a resistência de união após o reembasamento mediato, utilizando a própria resina de base para a confecção dos corpos-de-prova. Cilindros (3,5 x 5,0 mm) das resinas para reembasamento foram confeccionados sobre a superfície (20 mm) da resina para base de prótese. A desinfecção com 2 ciclos de desinfecção por microondas aumentou a resistência de união dos materiais TR e L com a resina de base L. Após 7 ciclos de desinfecção, a resina L apresentou diminuição na resistência de união. A união dos materiais UGH, K e NT não foi alterada após os procedimentos de desinfecção propostos.

Viljanen et al.<sup>97</sup>, também em 2007, verificaram o grau de conversão e as propriedades térmicas de copolímeros dendríticos e de compósitos fotopolimerizáveis utilizados para restaurações odontológicas. As resinas

utilizadas foram à base de dendrímeros multifuncionais e metil metacrilato, variando a proporção de acetoacetoxietil metacrilato (AAEM). Além disso, um dos compósitos utilizado era à base de 1,4-butanediol dimetacrilato (1,4-BDMA). As mensurações do grau de conversão foram realizadas por meio da utilização de espectroscopia de infravermelho por transformadas de Fourier (FTIR) e as propriedades térmicas avaliadas por calorimetria exploratória diferencial (DSC). O grau de polimerização dos copolímeros variou de 52 a 60% e aumentou com a elevação na quantidade de AAEM. Os valores para os compósitos foram de 32 a 44%. A temperatura de transição vítrea dos copolímeros contendo AAEM variou de 112 a 116°C e para os compósitos de 84 a 87°C. De acordo com os autores, a adição de AAEM pode aumentar o grau de conversão de dendrímeros experimentais. Dessa forma, a substituição do monômero metil metacrilato por outros diluentes pode trazer benefícios à polimerização de polímeros odontológicos.

Ainda em 2007, Pereira et al.<sup>57</sup> analisaram o efeito de dois novos agentes diluentes (análogos do Bis-GMA), em diferentes níveis de diluição e concentração de carga, sobre as propriedades físico-químicas de diversas resinas e compósitos contendo Bis-GMA em sua matriz. Vinte formulações foram preparadas por meio da combinação entre diferentes monômeros (Bis-GMA, TEGDMA, CH<sub>3</sub> Bis-GMA, CF<sub>3</sub> Bis-GMA). Os autores verificaram que os materiais contendo CH<sub>3</sub> Bis-GMA, CF<sub>3</sub> Bis-GMA produziram os menores valores de hidrofília e de sorção e solubilidade em água. A diluição do Bis-GMA

produziu maior grau de conversão, principalmente quando o diluente utilizado foi o TEGDMA. De acordo com esses autores, o CH<sub>3</sub> Bis-GMA pode ser considerado um bom diluente. Esse monômero permitiu a obtenção de materiais com menor degradação hidrolítica e maior homogeneidade de polimerização em comparação àqueles em que o TEGDMA foi utilizado. Além disso, esses autores verificaram que a viscosidade dos materiais, com os diferentes diluentes, influenciou diretamente seu grau e homogeneidade de conversão.

O efeito da armazenagem prolongada em água sobre a resistência de união entre uma resina acrílica para base de prótese (Lucitone 550- L) e 4 resinas para reembasamento (Kooliner- K, New Truliner- NT, Tokuso Rebase- TR e Ufi Gel Hard- UGH) foi avaliado por Azevedo et al.<sup>11</sup>, em 2007. Além disso, a resistência de união ao cisalhamento de corpos-de-prova reembasados com a resina acrílica para base de prótese L (L-L) foi avaliada para comparação. Cilindros (20 x 20 mm) de resina acrílica L foram polimerizados (em água a 70°C por 90 min, seguido de 30 min em água fervente) e imersos em água destilada (37±1°C por 48±2,0 h). As superfícies de união foram polidas com lixa de granulação 240, escovadas com detergente durante 20 s, limpas com água destilada e secas com papel absorvente. As superfícies foram, então, preparadas por meio da aplicação do monômero da resina L (180 s) para a resina K e com os agentes de união (20 s) para as demais resinas. Uma fita adesiva com orifício (3,5 mm) foi fixada sobre a superfície tratada para padronizar a área de união e os cilindros foram, individualmente, acoplados a uma matriz metálica bipartida com

um orifício central (3,5 x 5,0 mm). Os materiais para reembasamento foram manipulados, inseridos na matriz e, após polimerização, os corpos-de-prova de cada material reembasador foram divididos em 5 grupos (n=8) e submetidos aos ensaios mecânicos de cisalhamento (0,5 mm/min). Para o grupo controle (G1), os testes foram realizados imediatamente após a polimerização, para as resinas de reembasamento, e após os corpos-de-prova terem sido imersos em água (37±1°C) por 48 ± 2,0 h para a resina de base L. Os corpos-de-prova relativos aos Grupos 2, 3 e 4 foram avaliados após terem sido armazenados em água (37±1°C) por 7 dias, 3 e 6 meses, respectivamente. As superfícies fraturadas foram examinadas em microscópio eletrônico de varredura e analisador de imagem para determinar o percentual da área de superfície de união que permaneceu recoberta por resina de reembasamento e o tipo de falha (adesiva, coesiva ou mista). Os corpos-de-prova reembasados com as resinas K (8,44 MPa) e NT (7,98 MPa) não apresentaram diferença estatisticamente significativa na resistência de união ao cisalhamento entre os períodos avaliados. Para a resina K, os corpos-de-prova do G1 apresentaram falhas mistas, enquanto os corpos-de-prova do G4 falharam adesivamente. As falhas dos corpos-de-prova da resina NT foram predominantemente mistas. A armazenagem em água por 3 meses aumentou significativamente a média de resistência de união da resina de reembasamento TR comparada ao controle. Todos os tipos de falhas foram observados para os corpos-de-prova reembasados com o material TR. Para o material UGH, a média de resistência de união dos corpos-de-prova do grupo G3 (16,53 MPa) foi significativamente maior que àquela dos corpos-de-prova do grupo G2 (11,13

MPa). Os corpos-de-prova reembasados com a resina UGH demonstraram falhas mistas e coesivas. Os corpos-de-prova da resina acrílica de base L (18,89 MPa) exibiram diminuição significativa após 3 meses de armazenagem (14,96 MPa), após os quais nenhuma redução significativa foi observada. Todos os corpos-de-prova da resina L (L-L) falharam coesivamente. As seguintes conclusões foram obtidas: 1) a resistência de união ao cisalhamento dos materiais K e NT não foi comprometida pela armazenagem prolongada em água; 2) após 3 meses de armazenagem, os materiais TR e UGH produziram aumento significativo na média de resistência de união comparada ao grupo controle e ao período de 7 dias de imersão; 3) para o material L, a armazenagem em água por 3 meses diminuiu significativamente a média de resistência de união comparada à do controle; 4) as falhas para os materiais L e UGH foram predominantemente coesivas, enquanto as resinas TR, K e NT produziram falhas predominantemente adesivas.

O objetivo do estudo de Placido et al.<sup>60</sup>, em 2007, foi comparar a distribuição de estresse na interface dentina-adesivo nos testes de cisalhamento e micro-cisalhamento por meio de análise de elemento finito. Os parâmetros dos modelos de teste utilizados foram baseados em condições experimentais publicadas por diversos autores. Foram avaliadas as tensões, estresse de cisalhamento, distribuição do estresse na interface dentina-adesivo e o máximo do estresse de tração. A distribuição de estresse foi não uniforme e significativamente diferente entre os dois métodos de cisalhamento avaliados. Os autores concluíram que o módulo elástico dos materiais, a espessura da camada de adesivo na

interface de união e a distância de aplicação da carga são parâmetros a serem padronizados, uma vez que influenciam diretamente na distribuição de estresse durante a realização dos ensaios mecânicos.

No ano seguinte, Seo et al.<sup>74</sup> avaliaram a influência da irradiação por microondas sobre a resistência à fratura de bases de prótese intactas e reembasadas. A sorção de água e a solubilidade desses materiais também foram avaliadas. A resina termicamente ativada (Lucitone 550- L) foi utilizada para a confecção de 40 bases de prótese intactas com 4,0 mm de espessura e 160 bases de próteses com 2,0 mm para serem reembasadas com resinas quimicamente ativadas (Tokuso Rebase Fast- TR, Ufi Gel Hard- UGH, Kooliner- K, ou New Truliner- NT). As amostras foram divididas em 4 grupos (n=10): sem tratamento, um ou 7 ciclos de irradiação por microondas (650 W por 6,0 min) e armazenagem em água a 37°C por 7 dias. Os dados de força máxima de fratura (N); deflexão (mm), energia de fratura (N.mm), sorção (%) e solubilidade (%) foram avaliados. Segundo os autores, a força máxima de fratura das resinas de base de prótese intactas ou reembasadas não foram comprometidas após um ou 7 ciclos de irradiação por microondas. A deflexão e a energia de fratura das resinas de base de prótese reembasadas com TR e NT reduziram após um ciclo de irradiação por microondas. Esses resultados foram atribuídos à redução no conteúdo de monômero residual, promovido pelo efeito de pós-polimerização induzido pela irradiação por microondas. Simultaneamente, um ciclo de irradiação aumentou a absorção de água nas resinas, porém as propriedades das resinas não foram

comprometidas, indicando que o processo de pós-polimerização superou o efeito plastificante da água absorvida no interior dos materiais. Após 7 ciclos de irradiação por microondas, a sorção de água de alguns materiais aumentou, porém a resistência a flexão não foi alterada. A armazenagem em água alterou a solubilidade dos materiais utilizados para reembasamento.

Em 2009, Urban et al.<sup>89</sup> avaliaram o efeito da pós-polimerização por banho em água a 55°C por 10 min sobre o conteúdo e liberação de componentes residuais, grau de conversão, resistência a flexão e dureza de 4 resinas para reembasamento imediato. A avaliação de produtos lixiviados foi realizada por meio da armazenagem de corpos-de-prova em saliva artificial a 37±1°C. A análise do monômero residual e plastificante foi realizada por meio de cromatografia líquida de alta eficiência. O grau de conversão foi analisado por espectroscopia FT-Raman. Os corpos-de-prova foram submetidos à resistência a flexão em 3 pontos. Além disso, após os ensaios de flexão, um fragmento de cada corpo-de-prova foi submetido ao teste de dureza Vickers. A concentração de monômero residual das resinas foi reduzida após o tratamento de pós-polimerização por banho em água. As resinas Kooliner e New Truliner não contêm agente de ligação cruzada, e a liberação de grandes quantidades de isobutil metacrilato (monômero monofuncional) em relação às resinas que possuíam 1,6-hexanediol de dimetacrilato (monômero bifuncional) foi facilitada. Segundo os autores, a presença de monômero bifuncional pode melhorar o processo de polimerização, fornecendo mais grupos reativos para a polimerização do radical

livre. O 1,6-hexanediol dimetacrilato exibe distância maior entre os dois grupos metacrilato, podendo aumentar a reatividade do segundo grupo metacrilato. Monômeros de peso molecular e tamanho menores aumentam a mobilidade dentro da matriz polimérica e são difundidos mais facilmente do que monômeros maiores. O aquecimento do tratamento de pós-polimerização por banho em água pôde contribuir com a difusão dos componentes residuais das resinas para a água. O grau de conversão, resistência a flexão e dureza da resina Kooliner foram aumentados após o tratamento de pós-polimerização em banho de água à 55°C, podendo estar relacionado à eficiência da polimerização original. Um material com polimerização pouco eficiente estará mais susceptível aos efeitos da pós-polimerização, devido à maior quantidade de monômero residual presente.

Lombardo et al.<sup>43</sup>, também em 2009, avaliaram o efeito da irradiação por microondas e da armazenagem em água sobre as propriedades viscoelásticas de duas resinas para base de prótese (Lucitone 550- L e Vipi Wave-VW) e duas resinas para reembasamento imediato (Kooliner- K e Tokuyama Rebase Fast II- TR II). Oito corpos-de-prova (40 x 10 x 3,3 mm) para cada material foram avaliados por meio de análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) após: acabamento (controle 1), armazenagem em água por 7 dias (controle 2), um (MW1) e 7 ciclos de irradiação por microondas (MW7). Para cada corpo-de-prova, ciclos de DMTA foram realizados dentro de intervalos de temperatura diferentes. Os valores do módulo de armazenamento ( $E'$ ) e de amortecimento mecânico ( $\tan \delta$ ) a 37°C foram obtidos no primeiro e último ciclos

da DMTA. A partir do último ciclo, os valores de  $E'$  na temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e o máximo de  $\tan \delta$  também foram obtidos. Além disso, mensurações de temperatura no interior de corpos-de-prova de cada material, durante a irradiação por microondas (650 W/ 3 min), foram realizadas por meio da utilização de sensor de fibra óptica. Seis corpos-de-prova de cada material foram avaliados. Durante a irradiação por microondas, todos os corpos-de-prova atingiram a temperatura de ebulição da água em aproximadamente 130 s. A partir do primeiro ciclo de DMTA, MW 1 e controle 2 aumentaram significativamente os valores de  $E'$  e reduziram os valores de  $\tan \delta$  de K a 37°C. No último ciclo de DMTA, K e TR II apresentaram  $\tan \delta$  reduzido após MW1. MW7 reduziu os valores de  $\tan \delta$  de K. Os valores de  $E'$  de L e VW foram semelhantes entre si e superiores aqueles produzidos por K e TR II. Os valores médios da  $T_g$  foram ordenados como:  $L > VW > TR II > K$ . A irradiação por microondas e a armazenagem em água não comprometeram as propriedades viscoelásticas das resinas para base de prótese e reembasamento.

No mesmo ano, Vergani et al.<sup>96</sup> verificaram o efeito da armazenagem em água sobre a resistência de união e limite de fadiga entre duas resinas termicamente ativadas para base de prótese (Lucitone 550- L e Acron MC-AC) e duas resinas para reembasamento imediato (Ufi Gel Hard- UGH e Tokuso Rebase Fast- TR). Cilindros (20 x 20 mm) das resinas para base de prótese foram confeccionados e posicionados em matriz com orifício central (3,5 x 5,0 mm), por meio do qual os materiais reembasadores foram inseridos. Dessa forma, corpos-

de-prova resina de base/reembasador, com superfície de união de 9,62 mm<sup>2</sup>, foram obtidos e submetidos aos ensaios mecânicos para avaliar a resistência de união ao cisalhamento (0,5 mm/min). Além disso, para avaliar o limite de fadiga o método de escada foi utilizado, tendo sido os corpos-de-prova submetidos a ensaios mecânicos cíclicos de cisalhamento com frequência de 5,0 Hz e número máximo de ciclos igual a 10.000. Para as duas variáveis, resistência de união ou limite de fadiga, os corpos-de-prova foram avaliados após: reembasamento (controle) e armazenagem em água por 30 dias (WS). A resistência de união das combinações AC-TR e AC-UGH e o limite de fadiga das combinações AC-TR, AC-UGH e L-UGH foram aumentados após armazenagem em água. Independentemente das condições experimentais e das resinas de base utilizadas, a resina UGH produziu limite de fadiga superior à resina TR. De forma geral, a resina UGH apresentou os maiores resultados de resistência de união e limite de fadiga. Uma elevada correlação linear ( $r^2=0,949$ ) foi observada entre os resultados estáticos de resistência de união por cisalhamento e dinâmicos de limite de fadiga.

# Material e Método

---

#### ***4 Material e Método***

Para a realização do presente estudo foram utilizadas três resinas acrílicas quimicamente ativadas para reembasamento imediato (K, NT e TR II), comercialmente disponíveis, duas resinas acrílicas experimentais quimicamente ativadas para reembasamento imediato (E1 e E2) e uma resina acrílica termicamente ativada para base de prótese e reembasamento mediato (L), proporcionadas e manipuladas de acordo com instruções dos respectivos fabricantes (Quadro 1). A resina termicamente ativada para base de prótese L foi utilizada como parâmetro comparativo nas diferentes propriedades avaliadas. A pesagem do pó (polímero) de cada material foi realizada em balança analítica digital com 0,0001 g de precisão (AB204-S, Metler Toledo, Barueri, São Paulo, Brasil) e o líquido (monômero) proporcionado em pipeta graduada 1/100 mL (Satélite, Araraquara, SP, Brasil).

Quadro 1- Materiais, siglas, fabricantes, proporções pó/ líquido, condições de polimerização e composições químicas.

Material	Sigla	Fabricante	Proporção Pó / Líquido	Condição de polimerização	Composição	
					Pó (polímero)	Líquido (monômero)
Experimental 1	E1	Vipi Indústria e Comércio Ltda, Pirassununga, SP, Brasil	2,1 g / 1,6 mL	6 min à temperatura ambiente	PEMA	1,4-BDMA + EGDMA, na proporção 1:1
Experimental 2	E2	Vipi Indústria e Comércio Ltda, Pirassununga, SP, Brasil	2,1 g / 1,6 mL	6 min à temperatura ambiente	PEMA	1,4-BDMA + EGDMA, na proporção 4:1
Kooliner	K	GC America Inc., Alsip, IL, EUA	2,1 g / 1,5 mL	10 min à temperatura ambiente	PEMA	IBMA
New Truliner	NT	Bosworth Co., Skokie, Illinois, USA	1,34 g / 1,0 mL	20 min à temperatura ambiente	PEMA	IBMA + di-n-butilftalato
Tokuyama Rebase II Fast	TR II	Tokuyama Co., Ltd., Tóquio, Japão	2,4 g / 1,0 mL	5,5 min à temperatura ambiente	PEMA	1,9-NDMA + AAEM
Lucitone 550	L	Dentsply Indústria e Comércio Ltda, Petrópolis, RJ, Brasil	2,1 g / 1,0 mL	90 min a 73°C + 30 min a 100°C	PMMA	MMA + EGDMA

PEMA= polietil metacrilato; PMMA= polimetil metacrilato; 1,4-BDMA= 1,4-butanodiol dimetacrilato; EGDMA= etileno glicol dimetacrilato; IBMA= isobutil metacrilato; 1,9-NDMA= 1,9-nonanodiol dimetacrilato; AAEM= aceto(acetoxi)etil metacrilato; MMA= metil metacrilato.

#### 4.1 Comportamento exotérmico durante reação de polimerização

Para avaliar o comportamento exotérmico dos materiais para reembasamento imediato durante a reação de polimerização, foi confeccionada uma matriz metálica circular vazada com 60 mm de diâmetro e 2,0 mm de altura, seguindo as recomendações da ADA nº. 17<sup>2</sup>. Essa matriz foi colocada no interior da estufa (002CB, Fanem Ltda, São Paulo, SP, Brasil) a  $37 \pm 1,0^\circ\text{C}$ , no centro de uma placa de vidro recoberta com folha de nylon. Em seguida, cada resina quimicamente ativada para reembasamento foi proporcionada (Quadro 1), manipulada e inserida com ligeiro excesso no interior da matriz circular. Posteriormente, um termopar do tipo K (Cr-Al), conectado a um termômetro digital de temperatura (THR-130, Instrutherm, São Paulo, SP, Brasil - Figura 1), foi posicionado na região central do material, por meio de canaleta confeccionada na borda da matriz metálica circular. Uma segunda folha de nylon e outra placa de vidro foram posicionadas sobre a parte superior da matriz e pressão manual foi aplicada para o escoamento do excesso de material (Figuras 2 e 3).



FIGURA 1 - Termopar do tipo K conectado ao termômetro digital.

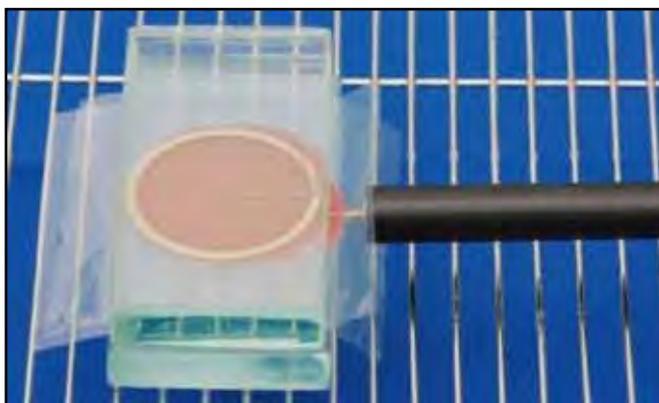


FIGURA 2 - Termopar posicionado para mensuração da temperatura.

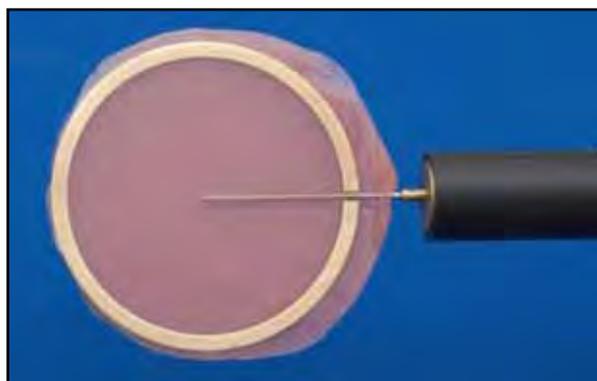


FIGURA 3 - Termopar no interior da resina polimerizada.

As alterações de temperatura foram registradas a cada 3,0 s, desde o contato inicial do sensor de temperatura com o material, até que a temperatura do material fosse estabilizada em  $37 \pm 1,0^\circ\text{C}$ . Para cada corpo-de-prova ( $n=4$ ), foram registrados o pico de temperatura ( $^\circ\text{C}$ ), o tempo (s) necessário para atingir o pico de temperatura e o tempo (s) de polimerização até estabilização em  $37^\circ\text{C}$ .

#### ***4.2 Grau de conversão por espectroscopia de infravermelho***

O grau de conversão de cada material foi determinado utilizando espectroscopia de infravermelho por transformadas de Fourier com acessório para reflexão total atenuada (FTIR-ATR). Para isso, cinco corpos-de-prova de cada material foram confeccionados em matriz metálica contendo cinco cavidades em seu interior, cada uma com 10 mm de diâmetro interno na superfície superior e 5,0 mm de altura (Figura 4).

Os materiais quimicamente ativados foram proporcionados (Quadro 1), manipulados e, individualmente, inseridos no interior da matriz, tendo sido suas porções inferior e superior recobertas com folhas de nylon. Em seguida, a tampa da matriz foi posicionada (Figura 5) e carga de 1,25 tonelada foi aplicada em prensa hidráulica (Vipi Delta, Pirassununga, São Paulo, SP, Brasil) até a polimerização dos materiais. Para a confecção dos corpos-de-prova da resina L, o material foi proporcionado, manipulado e na fase plástica inserido no interior da matriz. Em seguida, a matriz foi fechada e levada para prensagem (1,25 tonelada) da resina acrílica durante 30 min. Decorrido o período de prensagem, a matriz foi posicionada em prensa manual (OGP Produtos Odontológicos, São Paulo, SP, Brasil) e colocada em termopolimerizadora automática (Solab Científica, Piracicaba, SP, Brasil) para a realização do ciclo curto de polimerização recomendado pelo fabricante (Quadro1). Concluída a polimerização, a matriz foi resfriada sobre bancada por 30 min e, a seguir, imersa em água corrente por 15 min para, em seguida, os corpos-de-prova serem removidos do seu interior.



FIGURA 4 - Matriz metálica com as cinco cavidades em seu interior.



FIGURA 5 - Tampa posicionada, com as folhas de nylon interpostas.

#### ***4.2.1 Espectroscopia de infravermelho com reflexão total atenuada***

Os espectros FTIR / ATR de cada material foram obtidos em temperatura e pressão ambiente, por meio da utilização de espectrofotômetro com acessório para reflexão total atenuada (Pelkin-Elmer Spectrum BXII, Norwalk, CT, EUA). Para isso, o transmissor foi ajustado para realizar 32 leituras na resolução de  $4,0\text{ cm}^{-1}$  e comprimento de onda de  $600\text{ a }4000\text{ cm}^{-1}$ . A porcentagem de conversão foi calculada por meio da comparação entre o pico de absorbância C=C dos grupos

funcionais metacrílicos a  $1640\text{ cm}^{-1}$  com o pico de absorvância estável C=O do grupo éster a  $1720\text{ cm}^{-1}$ , previamente e após a polimerização dos materiais. Para isso, cinco leituras por infravermelho foram realizadas para cada material não polimerizado, para a detecção dos grupos funcionais polimerizáveis. Para que não houvesse polimerização das resinas para reembasamento imediato após manipulação, o peróxido de benzoíla do pó desses materiais foi degradado em estufa (002CB, Fanem Ltda, São Paulo, SP, Brasil) a  $70^{\circ}\text{C}$  durante 30 h. Em seguida, os materiais reembasadores e a resina de base foram manipulados, inseridos diretamente sobre a superfície do cristal ATR (Figuras 6 e 7) e as leituras por infravermelho realizadas. Além disso, corpos-de-prova das resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato foram submetidos à espectroscopia de infravermelho (Figura 8) para avaliação do grau de conversão 30 min após polimerização. Os corpos-de-prova da resina termicamente ativada L foram submetidos à análise do grau de conversão após terem sido armazenados em água destilada a  $37\pm 1,0^{\circ}\text{C}$ , durante  $50\pm 2,0\text{ h}^{36}$ .

A partir da relação entre os picos de absorvância obtidos antes e após a polimerização dos materiais (Figura 9), o grau de conversão (%) foi calculado pela técnica convencional (“standard baseline”)<sup>66</sup>, com base na seguinte fórmula:

$$\text{Grau de conversão (\%)} = [1 - (P/NP)] \times 100,$$

onde  $P$  é a relação entre o pico de absorvância de C=C e C=O do material polimerizado e  $NP$  é a relação entre o pico de absorvância de C=C e C=O dos materiais não polimerizados.

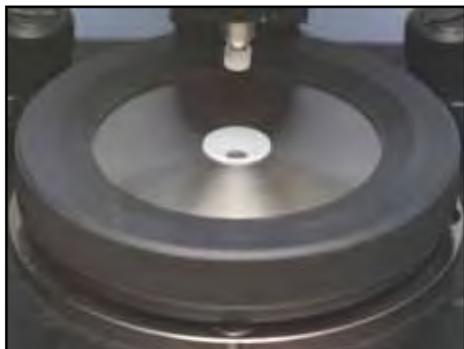


FIGURA 6 - Superfície do cristal.



FIGURA 7 - Material sobre o cristal.



FIGURA 8 - Corpo-de-prova posicionado sobre a superfície do cristal.

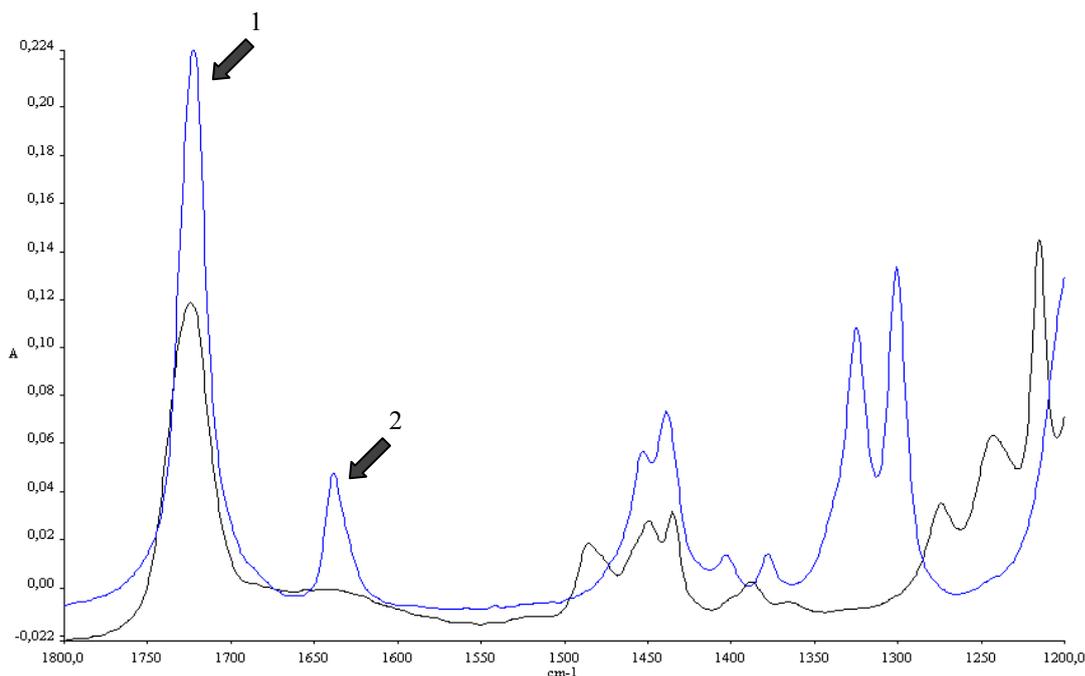


FIGURA 9 - Curvas espectrais da resina de base L polimerizada (preto) e não polimerizada (azul). As setas 1 e 2 indicam, respectivamente, o pico de absorvância estável C=O do grupo éster a  $1720\text{ cm}^{-1}$  e o pico de absorvância C=C dos grupos funcionais a  $1640\text{ cm}^{-1}$ .

### 4.3 Sorção de água e solubilidade em água

Para a confecção dos corpos-de-prova foi utilizada matriz metálica (Figura 10), com dimensões internas de 50 mm de diâmetro e 0,5 mm de altura, de acordo com as especificações da ISO 1567<sup>36</sup>.

Foram confeccionados 5 corpos-de-prova (50 x 0,5 mm) para cada material. Para isso, as resinas acrílicas quimicamente ativadas foram proporcionadas (Quadro 1), manipuladas e inseridas na base da matriz metálica. Posteriormente, a matriz foi fechada e levada em prensa hidráulica (Vipi Delta, Pirassununga, São Paulo, SP, Brasil), com carga de 1,25 tonelada, durante o

tempo de polimerização recomendado por cada fabricante (Quadro 1). Para a confecção dos corpos-de-prova da resina para base de prótese, o material L foi manipulado, inserido na matriz metálica na fase plástica e levado em prensa hidráulica (1,25 tonelada) durante 30 min. Após esse período, a matriz foi levada em prensa manual (OGP Produtos Odontológicos, São Paulo, SP, Brasil) e o conjunto inserido no interior de termopolimerizadora automática (Solab Científica, Americana, SP, Brasil) para a realização do ciclo curto de polimerização recomendado pelo fabricante (Quadro 1). Após terem sido confeccionados, os corpos-de-prova (Figura 11) foram submetidos aos procedimentos para avaliação da sorção de água e solubilidade em água recomendados pela ISO 1567<sup>36</sup>. Os corpos-de-prova da resina para base de prótese L foram armazenados em água destilada à  $37\pm 1,0^{\circ}\text{C}$  durante  $50\pm 2,0$  h, previamente aos procedimentos que serão descritos a seguir.

Inicialmente, os corpos-de-prova foram colocados em recipiente contendo sílica gel, inseridos em estufa (002CB, Fanem Ltda, São Paulo, SP, Brasil) a  $37\pm 1,0^{\circ}\text{C}$ , durante  $23\pm 1,0$  h, e transferidos para uma segunda estufa com temperatura ambiente ( $23\pm 2,0^{\circ}\text{C}$ ). Após 60 min na segunda estufa, os corpos-de-prova foram individualmente pesados (Figura 12) em balança analítica de precisão (AB204-S, Metler Toledo, Barueri, São Paulo, Brasil), tendo sido esse ciclo repetido até que não houvesse alteração de massa maior ou menor do que 0,0002 g, entre as sucessivas pesagens.



FIGURA 10 - Matriz metálica circular (50 x 0,5 mm).



FIGURA 11 - Corpo-de-prova finalizado.



FIGURA 12 - Pesagem do corpo-de-prova.

A massa condicionada constante, obtida após os procedimentos descritos anteriormente, foi denominada  $M1$ . A partir desse momento, o volume de cada corpo-de-prova foi calculado utilizando as médias de três mensurações de diâmetro e cinco mensurações de altura realizadas por meio de paquímetro digital (500-144B, Mitutoyu, Suzano, SP, Brasil), com precisão de 0,01 mm. As mensurações de altura foram realizadas no centro e em quatro regiões equidistantes ao redor da circunferência de cada corpo-de-prova. Para o cálculo do volume de cada corpo-de-prova, a seguinte fórmula foi utilizada:

$$\pi.R^2.h,$$

onde “ $\pi$ ”  $\cong$  3,141593, “ $R$ ” é o raio e “ $h$ ” a altura de cada corpo-de-prova.

Após atingirem massa dessecada contante ( $M1$ ), os corpos-de-prova foram imersos em água destilada a  $37\pm 1,0^\circ\text{C}$  durante 7 dias  $\pm$  2,0 h. Após esse período, os corpos-de-prova foram removidos da água com auxílio de pinça, secos com papel absorvente até ficarem sem a presença visível de umidade, agitados no ar por  $15\pm 1,0$  s e pesados após  $60\pm 10$  s. A massa obtida após esses procedimentos foi denominada  $M2$ . Após a obtenção da massa  $M2$ , os corpos-de-prova foram novamente dessecados a uma massa constante ( $M3$ ), utilizando os mesmos procedimentos descritos para a obtenção da massa  $M1$ .

#### ***4.3.1 Cálculo e expressão dos resultados de sorção e solubilidade***

Os resultados de sorção de água e solubilidade em água ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ) foram calculados com base na seguinte fórmula:

$$\text{Sorção de água} = (M2 - M3) / V$$

Solubilidade em água =  $(M1 - M3) / V$ ,

onde  $M1$  é a massa ( $\mu\text{g}$ ) condicionada inicial,  $M2$  é a massa ( $\mu\text{g}$ ) obtida após imersão em água por 7 dias,  $M3$  é a massa ( $\mu\text{g}$ ) condicionada final e  $V$  é o volume ( $\text{mm}^3$ ) de cada corpo-de-prova.

#### 4.4 Contração linear de polimerização

Para avaliar a contração linear de polimerização das resinas acrílicas para reembasamento e base de prótese, dez corpos-de-prova de cada material foram confeccionados em matriz metálica circular com dimensões internas de 50 mm de diâmetro e 0,5 mm de altura<sup>29,44</sup>. De acordo com a Figura 13, pode-se verificar que a matriz utilizada apresenta três sulcos internos, dois lineares perpendiculares entre si e um circular. A intersecção dos sulcos lineares com o circular permitiu a obtenção de quatro pontos de referência, denominados de A, B, C e D<sup>29,44</sup>.

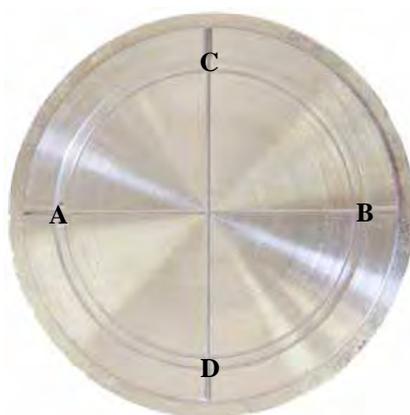


FIGURA 13 - Matriz metálica circular (50 x 0,5 mm) e seus pontos de referência.

Para a obtenção dos corpos-de-prova das resinas acrílicas para reembasamento imediato, os materiais foram proporcionados (Quadro 1), manipulados e inseridos na região central da base da matriz. Em seguida, a matriz foi fechada e submetida à prensagem em prensa hidráulica (Vipi Delta, Pirassununga, São Paulo, SP, Brasil), com carga de 1,25 tonelada, durante o tempo de polimerização recomendado por cada fabricante (Quadro 1).

Para a confecção dos corpos-de-prova da resina de base L, o material foi proporcionado, manipulado e, ao atingir a fase plástica, inserido no centro da base da matriz. Em seguida, a matriz foi fechada e submetida à prensagem em prensa hidráulica (1,25 tonelada) durante 30 min. Após prensagem, a matriz foi transferida para prensa manual (OGP Produtos Odontológicos, São Paulo, SP, Brasil) e levada à termopolimerizadora automática (Solab Científica, Americana, SP, Brasil) para a realização do ciclo curto de polimerização recomendado pelo fabricante (Quadro 1). Após o ciclo de polimerização, a matriz foi removida da termopolimerizadora e mantida sobre bancada por 30 min sendo, em seguida, imersa em água corrente por 15 min para resfriamento. Após resfriamento, a matriz foi aberta, o corpo-de-prova removido e os excessos de material removidos manualmente com tesoura de ponta fina.

Os materiais reembasadores imediatos foram submetidos às mensurações de suas dimensões lineares imediatamente após polimerização. As mensurações da resina de base L foram realizadas após os corpos-de-prova terem sido armazenados em água destilada a  $37\pm 1,0^{\circ}\text{C}$ , durante  $50\pm 2,0\text{ h}^{36}$ .

#### ***4.4.1 Análise da contração linear de polimerização***

A avaliação das dimensões lineares de cada corpo-de-prova foi realizada em projetor de perfil Nikon (Figura 14), modelo 6C (Nikon, Tokyo, Japão). Inicialmente, foram realizadas leituras entre os pontos de referência (AB e CD) da base da matriz metálica circular. Para isso, a base da matriz foi posicionada no projetor de perfil de forma que um dos sulcos lineares coincidissem com a linha de referência horizontal, presente no visor do equipamento. Após o posicionamento da base da matriz, doze mensurações de cada linha de referência (AB e CD) foram realizadas e a média aritmética calculada. Essas mensurações foram realizadas para calibração do operador, até que o coeficiente de variação não excedesse 0,04%<sup>29,44</sup>. A média dos valores obtidos foi considerada como medida padrão (“baseline”) com a qual as dimensões lineares obtidas nos corpos-de-prova foram comparadas<sup>29,44</sup>. As mensurações nos corpos-de-prova (Figura 15) foram realizadas em triplicata, semelhantemente àquelas realizadas na matriz metálica. A diferença entre as dimensões da matriz e àquelas dos corpos-de-prova foram registradas e utilizadas para o cálculo da porcentagem de alteração dimensional linear. Os valores negativos obtidos representam a contração linear ocorrida durante a reação de polimerização dos materiais.



FIGURA 14 - Projetor de perfil Nikon.

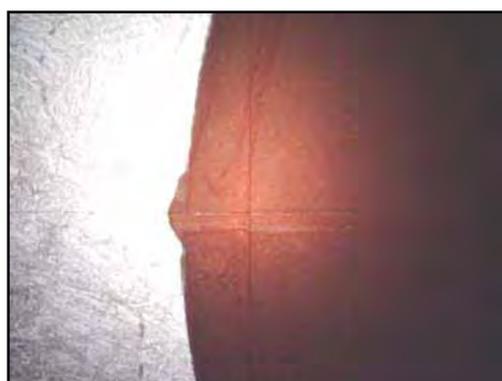


FIGURA 15 - Imagem do corpo-de-prova no projetor de perfil.

#### ***4.5 Análise térmica dinâmico-mecânica***

Foram confeccionados 2 corpos-de-prova para cada material em matriz metálica vazada com dimensões internas de 40 mm de comprimento, 10 mm de largura e 3,3 mm de altura (Figura 16).

Para a confecção dos corpos-de-prova da resina para base de

prótese L, padrões de resina acrílica quimicamente ativada foram obtidos por meio da matriz metálica descrita anteriormente<sup>43</sup>. Para isso, a matriz metálica foi posicionada sobre uma placa de vidro, recoberta com folha de nylon. Em seguida, a resina acrílica foi proporcionada e manipulada de acordo com as instruções do fabricante e inserida no interior da matriz metálica vazada. Outra folha de nylon e outra placa de vidro foram posicionadas sobre a matriz e o conjunto levado à prensa hidráulica (Vipi Delta, Pirassununga, São Paulo, SP, Brasil), com carga de 0,5 tonelada, até a polimerização do material.

Os padrões de resina acrílica descritos anteriormente foram, então, utilizados para a confecção de moldes em silicone laboratorial de alta viscosidade, polimerizado por reação de condensação (Zetalabor, Zhermack, Badia Polesine, Rovigo, Itália), em matriz de madeira. Para isso, os padrões de resina foram fixados, com cola em bastão, no centro de cada cavidade da matriz de madeira (Figura 17). Em seguida, a massa de silicone laboratorial foi acomodada manualmente no interior da matriz de madeira que, após ter sido fechada, foi levada à prensa hidráulica (0,5 tonelada) até a polimerização do material (aproximadamente 6 min). Os excessos foram recortados com estilete e moldes em silicone (40 x 10 x 3,3 mm) obtidos (Figura 18).

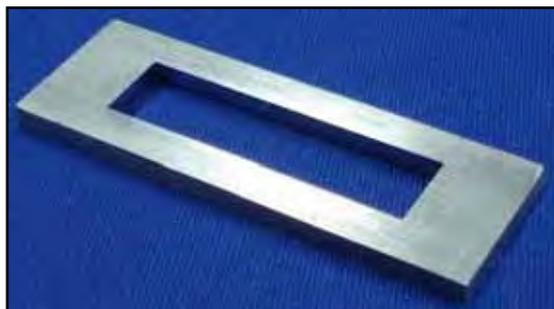


FIGURA 16 - Matriz metálica vazada (40 x 10 x 3,3 mm).



FIGURA 17 - Padrões no centro da matriz de madeira.



FIGURA 18 - Molde em silicone.

Os moldes de silicone foram incluídos em muflas metálicas convencionais, tendo sido a face superior de cada molde recoberta por lâmina de vidro. Para a inclusão dos moldes de silicone, gesso Tipo IV (Vel-Mix; Kerr, Romulus, Mich, EUA) foi proporcionado (150 g de pó e 30 mL de água), espatulado por 1,0 min e vazado no interior da mufla sob vibração. Em seguida, o molde de silicone foi posicionado na base da mufla, mantendo sua superfície no mesmo nível da borda da mufla (Figura 19).

Após a reação de presa do gesso, toda sua superfície foi isolada com isolante à base de alginato de sódio (Cel Lac, S.S. White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e uma lâmina de vidro foi fixada, com cola em bastão, sobre o molde em silicone. Nesse momento, a contra-mufla foi posicionada sobre sua base e preenchida com Gesso tipo III (Herodent, Vigodent S.A. Ind. Comércio, Bonsucesso, RJ, Brasil), manipulado (300 g de pó e 90 mL de água) e vazado nas mesmas condições descritas anteriormente. A mufla foi, então, fechada e levada em prensa hidráulica (1,25 tonelada) até a reação de presa do gesso. Após a abertura da mufla, a lâmina de vidro foi limpa e desengordurada com algodão embebido em álcool e o molde em silicone limpo com solução detergente (Figura 20).

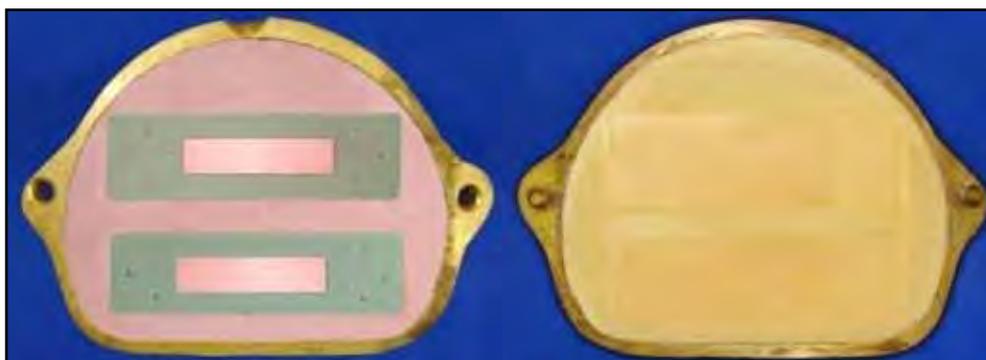


FIGURA 19 - Mufla aberta, com os padrões de resina em posição.



FIGURA 20 - Moldes em silicone incluídos na base da mufla.

A resina para base de prótese L foi proporcionada, individualmente manipulada e, ao atingir a fase plástica, acomodada no interior do molde de silicone. Em seguida, as muflas foram fechadas e prensadas gradativamente até a carga de 1,25 tonelada, tendo sido essa carga mantida por 30 min. Decorrido o período de prensagem, as muflas foram submetidas ao ciclo curto de polimerização recomendado pelo fabricante da resina L (Quadro 1), em termopolimerizadora automática (Solab Científica, Piracicaba, SP, Brasil). Concluída a polimerização, as muflas foram resfriadas sobre bancada por 30 min

e, a seguir, imersas em água corrente por 15 min para, em seguida, os corpos-de-prova serem demuflados.

Após demuflagem, os corpos-de-prova foram submetidos a acabamento sob irrigação em politriz automática (Metaserv 2000, fabricado por Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), com lixas de carbeto de silício de granulação 400 (3M ESPE, St. Paul, Minn, EUA), para a remoção de excessos laterais. A precisão das dimensões da largura e altura de cada corpo-de-prova foi verificada com paquímetro digital em três regiões (extremidades e região mediana), com tolerância de  $\pm 0,2$  mm. Dessa forma, cada corpo-de-prova apresentou dimensão final de: 40 mm de comprimento,  $10\pm 0,2$  mm largura e  $3,3\pm 0,2$  mm de altura<sup>43</sup>.

Para a confecção dos corpos-de-prova das resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato, a matriz metálica vazada foi posicionada sobre placa de vidro recoberta com folha de nylon. As resinas acrílicas foram proporcionadas (Quadro 1), manipuladas e inseridas no interior da matriz metálica. Em seguida, outra folha de nylon, seguida de outra placa de vidro foram posicionadas sobre a matriz e o conjunto levado à prensa hidráulica (0,5 tonelada), até a polimerização dos materiais. O acabamento e a aferição das dimensões foram realizados da mesma forma descrita para os corpos-de-prova da resina para base de prótese L.

#### ***4.5.1 Ensaios térmicos dinâmico-mecânicos***

As propriedades viscoelásticas dos corpos-de-prova (Figura 21) foram analisadas por meio de ensaios térmicos dinâmico-mecânicos, realizados

em máquina de ensaios (PL Thermal Sciences MK II, Polymer Laboratories Ltd., Loughborough, UK) conectada a computador IBM compatível. A máquina de ensaios foi previamente calibrada e os corpos-de-prova fixados em três pontos com torque de 30 cNm (Figuras 22 e 23). O forno removível foi acoplado e o transdutor ajustado no sentido de prevenir qualquer tensão sobre o corpo-de-prova. O equipamento foi calibrado para promover deformação senoidal dos corpos-de-prova, com frequência constante de 1,0 Hz (próximo da frequência mastigatória)<sup>51</sup>, taxa de aquecimento de 3,0°C/ min e tensão de 64  $\mu\text{m}^{43}$ , assegurando que os materiais fossem avaliados dentro do seu limite de elasticidade<sup>19</sup>.



FIGURA 21 - Corpo-de-prova finalizado.



FIGURAS 22 e 23 - Corpo-de-prova posicionado na máquina de ensaios.

Para avaliar algum efeito de pós-polimerização induzido durante a análise térmica dinâmico-mecânica, os corpos-de-prova foram submetidos a ciclos de temperatura consecutivos, com diferentes faixas de temperatura<sup>43</sup>. Para as resinas acrílicas quimicamente ativadas, o primeiro ciclo do ensaio térmico dinâmico-mecânico foi realizado na faixa de 20 a 40°C, havendo acréscimo de 20°C na temperatura máxima dos ciclos seguintes. Para a resina termicamente ativada L, o primeiro ciclo realizado na faixa de 20 a 100°C, tendo sido acrescido 20°C para os ciclos seguintes. Faixas de temperatura de 20 a 120°C e 20 a 160°C foram utilizadas, respectivamente, para o último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica dos materiais reembasadores imediatos e da resina de base. Dessa forma, cinco ciclos foram realizados para as resinas quimicamente ativadas e quatro ciclos para a resina para base de prótese<sup>43</sup>. Após a realização de cada ciclo, o forno removível foi retirado e o corpo-de-prova resfriado naturalmente à temperatura ambiente (23°C). Posteriormente, o forno removível foi novamente acoplado e o corpo-de-prova resfriado à temperatura abaixo de 20°C, por meio da passagem de nitrogênio líquido pelo interior do forno (Figura 24).



FIGURA 24 - Forno acoplado à máquina de ensaios.

Para cada corpo-de-prova, o módulo de dissipação elástica ou módulo de armazenamento ( $E'$ ), o amortecimento mecânico ( $\tan \delta$ ) e a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) foram determinados. Os valores de  $\log E'$  e  $\tan \delta$  a  $37^\circ\text{C}$  foram obtidos no primeiro e último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica. Os valores de  $T_g$  foram determinados somente no último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica, com base nos valores do pico de  $\tan \delta$ <sup>19,43</sup>.

Os corpos-de-prova das resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato foram submetidos às análises térmicas dinâmico-mecânicas 30 min após polimerização. Os corpos-de-prova da resina para base de prótese L foram analisados após armazenagem em água destilada a  $37 \pm 1,0^\circ\text{C}$  durante  $50 \pm 2,0$  h<sup>36</sup>.

## ***4.6 Resistência à flexão***

### ***4.6.1 Confeção dos corpos-de-prova intactos***

Para cada material, 10 corpos-de-prova ( $64 \times 10 \times 3,3$  mm)<sup>36</sup> foram confeccionados por meio da utilização de matriz metálica vazada com dimensões internas de 64 mm de comprimento, 10 mm de largura e 3,3 mm de altura (Figura 25). Para a obtenção dos corpos-de-prova dos materiais para reembasamento imediato, a matriz metálica foi, inicialmente, colocada sobre uma folha de nylon, posicionada no centro de uma placa de vidro. Em seguida, os materiais foram

proporcionados, manipulados (Quadro 1) e inseridos com mínimo excesso no interior da matriz metálica. A seguir, outra folha de nylon e outra placa de vidro foram posicionadas sobre a matriz metálica, sendo o conjunto levado à prensa hidráulica (Vipi Delta, Pirassununga, São Paulo, SP, Brasil), com carga de 0,5 tonelada, e mantido até polimerização do material reembasador (Figura 26).



FIGURA 25 - Matriz metálica vazada (64x 10 x 3,3 mm).



FIGURA 26 - Prensagem da resina.

Para a confecção dos corpos-de-prova da resina para base de prótese L, padrões (64 x 10 x 3,3 mm) em silicone polimerizado por reação de

condensação (Zeta Plus, Zhermack, Badia Polesine, Rovigo, Itália) foram obtidos a partir da matriz metálica descrita anteriormente. Para isso, a matriz foi posicionada sobre uma folha de nylon, na superfície de uma placa de vidro. A massa densa do silicone foi, então, proporcionada e manipulada de acordo com as recomendações do fabricante, sendo, em seguida, acomodada no interior da matriz metálica. Outra folha de nylon, seguida de outra placa de vidro foram posicionadas sobre esse conjunto e, em seguida, levados à prensa hidráulica (0,5 tonelada) até a polimerização do material (aproximadamente 6,0 min). Posteriormente, os padrões em silicone foram removidos do interior da matriz metálica, os excessos recortados com tesoura e fixados no centro de uma lâmina de vidro para microscopia, com a utilização de cola em bastão (Figura 27).

Os padrões de silicone foram, individualmente, incluídos em muflas metálicas, de modo que suas faces, superior e inferior, fossem recobertas por lâminas de vidro. Para essa inclusão, gesso Tipo IV (Vel-Mix; Kerr, Romulus, Mich, EUA) foi proporcionado (150 g de pó e 30 mL de água), espatulado por 1,0 min e vazado no interior da mufla sob vibração. Logo após, o conjunto padrão de silicone/lâmina de vidro foi posicionado na base da mufla de modo que a superfície do padrão ficasse ao mesmo nível da borda da mufla (Figura 28).

Após a reação de presa do gesso (1,0 h), toda superfície foi isolada com isolante à base de alginato de sódio (Cel-Lac, SSWhite, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e outra lâmina de vidro foi fixada, também com cola em bastão, sobre o padrão em silicone. Nesse momento, a contra-mufla foi posicionada sobre a base da mufla (Figura 29) e preenchida com Gesso tipo III (Herodent, Vigodent S.A.

Ind. Comércio, Bonsucesso, RJ, Brasil), manipulado (300 g de pó e 90 mL de água) e vazado nas mesmas condições descritas anteriormente.

A mufla foi, então, fechada e levada à prensa hidráulica (1,25 tonelada) até a reação de presa do gesso. Após a abertura da mufla (Figura 30), os padrões de silicone foram removidos e moldes em gesso, com as mesmas dimensões internas da matriz metálica vazada, foram obtidos (Figura 31). Os moldes de gesso e as superfícies das lâminas de vidro foram, então, limpos e desgordurados com solução detergente e algodão embebido em álcool.

Em seguida, a resina L foi proporcionada (Quadro 1), manipulada e inserida, na fase plástica, no interior dos moldes de gesso. A mufla foi novamente fechada e prensada gradativamente até a carga de 1,25 tonelada. Decorrido o período de prensagem de 30 min, a mufla foi posicionada em prensa manual (OGP Produtos Odontológicos, São Paulo, SP, Brasil) e submetida ao ciclo curto de polimerização recomendado pelo fabricante do material L (Quadro 1), em termopolimerizadora automática (Solab Científica, Piracicaba, SP, Brasil). Concluída a polimerização, as muflas foram deixadas sobre bancada por 30 min e, a seguir, em água corrente por 15 min para resfriamento. Após resfriamento das muflas os corpos-de-prova da resina L foram individualmente demuflados.

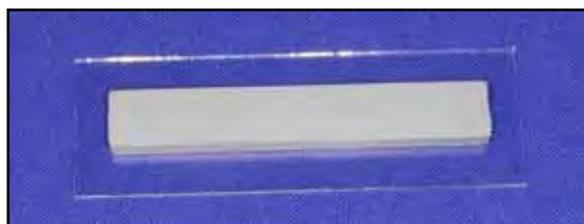


FIGURA 27 - Padrão de silicone fixado sobre lâmina de vidro.



FIGURA 28 - Padrão de silicone incluído em gesso Tipo IV na base da mufla.



FIGURA 29 - Contra-mufla posicionada sobre sua base



FIGURA 30 - Mufla após abertura.



FIGURA 31 - Molde em gesso.

Os corpos-de-prova da resina para base de prótese e reembasamento mediato L e das resinas para reembasamento imediato E1, E2, K, NT e TR II foram submetidos a acabamento sob irrigação, em politriz automática (Metaserv 2000, fabricado por Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), com lixas de carbeto de silício de granulação 400 (3M ESPE, St. Paul, Minn, EUA), para a remoção de excessos laterais (Figura 32). Em seguida, os corpos-de-prova foram mensurados em três pontos (extremidades e região mediana), com paquímetro digital, para a verificação da altura e largura, aceitando-se variação de  $\pm 0,2$  mm (Figura 33). A partir das dimensões obtidas após mensuração, as médias de largura e altura de cada corpo-de-prova foram obtidas.



FIGURA 32 - Remoção dos excessos laterais em politriz.



FIGURA 33 - Mensuração do corpo-de-prova com paquímetro.

#### 4.6.2 Confeção dos corpos-de-prova reembasados

Para a obtenção dos corpos-de-prova reembasados (resina de base L/material reembasador), foi utilizada matriz metálica vazada semelhante àquela utilizada durante a confecção dos corpos-de-prova intactos, porém, com 2,0 mm de altura<sup>65</sup>. A partir da utilização dessa matriz metálica, padrões em silicone foram incluídos em muflas metálicas e, a partir dos moldes em gesso obtidos, lâminas (64 x 10 x 2,0 mm) da resina L foram confeccionadas da mesma forma descrita para a obtenção dos corpos-de-prova intactos da resina.

Após acabamento, as lâminas da resina L foram individualmente inseridas em frasco âmbar contendo água destilada e colocadas em estufa (002CB, Fanem Ltda, São Paulo, SP, Brasil) a  $37\pm 1,0^{\circ}\text{C}$  por  $50\pm 2,0\text{ h}$ <sup>36</sup>. Em seguida, a topografia das lâminas da resina L, a serem reembasadas, foi padronizada sob constante irrigação, com lixas de carbetto de silício (3M ESPE, St. Paul, Minn, EUA) de granulação 240<sup>11,30,39,48,65</sup> em politriz automática com velocidade (350 r.p.m.) e tempo controlados (Figura 34). Durante a realização do tratamento superficial, as lâminas da resina L foram rotacionadas  $180^{\circ}$  a cada 10 s até completar 2 voltas, totalizando 40 s<sup>65</sup>. Após padronização da superfície de união, cada lâmina foi mensurada com paquímetro em três pontos (extremidades e região mediana), aceitando variação de  $\pm 0,1\text{ mm}$  (Figura 35).



FIGURA 34 - Padronização da superfície de união em politriz automática.



FIGURA 35 - Lâmina da resina L sendo mensurada com paquímetro.

Após os procedimentos previamente descritos, as lâminas da resina L foram escovadas com detergente neutro por 20 s e lavadas com água destilada para a remoção de debris e para desengordurar a superfície de união. Cada lâmina foi seca em papel absorvente macio e, em seguida, acomodada no interior da matriz metálica com 3,3 mm de altura (Figura 36). Dessa forma, um espaço de 1,3 mm para o material reembasador foi obtido<sup>65</sup>.

A superfície de união das lâminas da resina L foi tratada de acordo com as recomendações dos fabricantes dos materiais reembasadores. O fabricante do material K não fornece adesivo para a realização do procedimento de reembasamento. Dessa forma, para a confecção dos corpos-de-prova referentes à

combinação dos materiais L e K (L-K), o tratamento de superfície da resina L foi realizado com o próprio monômero da resina L, pincelado durante 180 s<sup>42,65,74</sup>. Para o reembasamento com as resinas E1, E2, NT e TR II, a superfície da resina para base de prótese L foi tratada com adesivo (única camada) fornecido pelos respectivos fabricantes dos materiais reembasadores. Após tratamento superficial da resina de base L, cada material foi proporcionado (Quadro 1), manipulado e inserido sobre lâminas da resina L, previamente posicionadas no interior da matriz metálica, sobre folha de nylon, acomodada na superfície de uma placa de vidro (Figura 37). A seguir, outra folha de nylon foi posicionada sobre a parte superior da matriz, sendo o conjunto prensado entre duas placas de vidro, em prensa hidráulica (0,5 tonelada), até a polimerização do material reembasador. Em seguida os excessos laterais foram removidos em politriz automática e os corpos-de-prova (Figura 38) mensurados com paquímetro, da mesma forma descrita para os corpos-de-prova intactos.

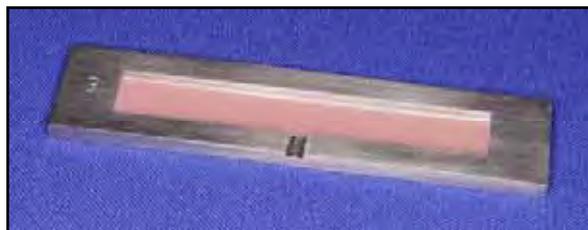


FIGURA 36 - Lâmina da resina L posicionada na matriz com altura de 3,3 mm.

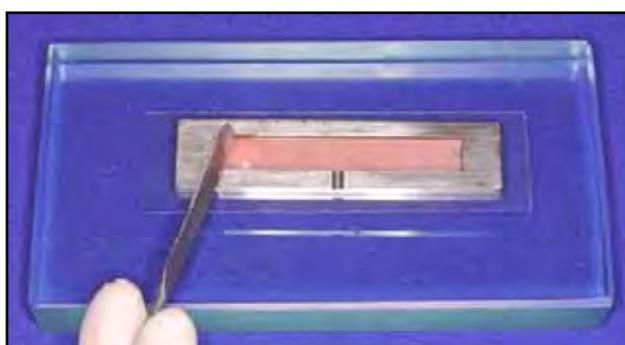


FIGURA 37 - Inserção do material reembasador sobre lâmina da resina L.

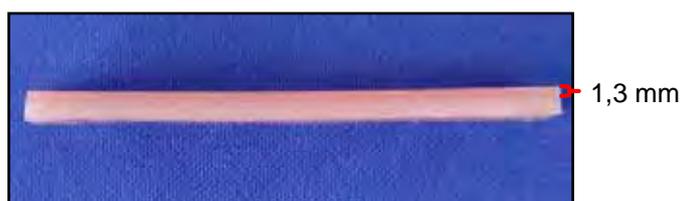


FIGURA 38 - Vista lateral do corpo-de-prova reembasado, com 1,3 mm de material reembasador.

Além disso, lâminas da resina L foram confeccionadas e reembasadas com a própria resina termicamente ativada (reembasamento mediato L-L). Porém, para sua obtenção, lâminas da resina L (64 x 10 x 2,0 mm) foram confeccionadas e adaptadas em cavidades de gesso obtidas após a inclusão em

mufla de padrões de silicone com dimensões de 64 x 10 x 3,3 mm. As superfícies de união foram, então, tratadas com a aplicação de monômero da resina L por 180 s<sup>65,91</sup>, da mesma maneira realizada para o reembasamento com o material K. Após esse procedimento, a resina L foi manipulada e inserida na fase plástica sobre a lâmina da resina L já polimerizada, preenchendo todo o molde no interior da mufla. Em seguida, a mufla foi fechada, prensada e submetida ao ciclo curto de polimerização (Quadro 1). Após o ciclo de polimerização, as muflas foram resfriadas, os corpos-de-prova demuflados e submetidos ao acabamento descrito anteriormente. Dessa forma, uma espessura de 1,3 mm de material reembasador termicamente ativado foi obtida, da mesma forma que os corpos-de-prova reembasados com as resinas quimicamente ativadas.

Os corpos-de-prova intactos e aqueles reembasados com as resinas quimicamente ativadas foram submetidos aos ensaios mecânicos de resistência à flexão em três pontos 30 min após acabamento. Os corpos-de-prova intactos da resina L e aqueles submetidos ao reembasamento mediato foram testados após armazenagem em água destilada por  $50 \pm 2,0$  h<sup>36</sup>.

#### ***4.6.3 Ensaio mecânico de resistência à flexão***

A resistência à ruptura dos corpos-de-prova intactos e reembasados foi verificada por meio de ensaios de flexão em três pontos com distância de 50 mm entre os apoios inferiores, utilizando máquina de ensaios mecânicos (MTS 810, MTS Systems Corporation, Eden Prairie, MN, USA) com célula de carga de 10 kN, fundo de escala de 1,0 kN e velocidade constante de 5,0 mm/min. Os ensaios mecânicos foram realizados em água destilada a  $37 \pm 1,0^\circ\text{C}$ , simulando as

condições de umidade e temperatura da cavidade bucal<sup>65</sup>. Para isso, foi confeccionado um recipiente com base metálica e paredes em vidro (170 x 130 x 90 mm), tendo sido acoplado um aquecedor de 100 W (Figura 39) conectado a um termostato com tolerância na célula de temperatura de aproximadamente 1,0°C (Figura 40)<sup>65</sup>. Para a realização dos ensaios mecânicos, cada corpo-de-prova foi posicionado na máquina de ensaios, apoiado em dois pontos, um em cada extremidade. Um terceiro ponto fixo aplicou a força no centro do corpo-de-prova, em sentido contrário aos apoios (Figura 41). Para as amostras reembasadas, os corpos-de-prova foram posicionados de forma que a superfície do material reembasador ficasse voltada para cima<sup>4,21,65,86</sup>.



FIGURA 39 - Aquecedor de 100 W.



FIGURA 40 - Termostato.

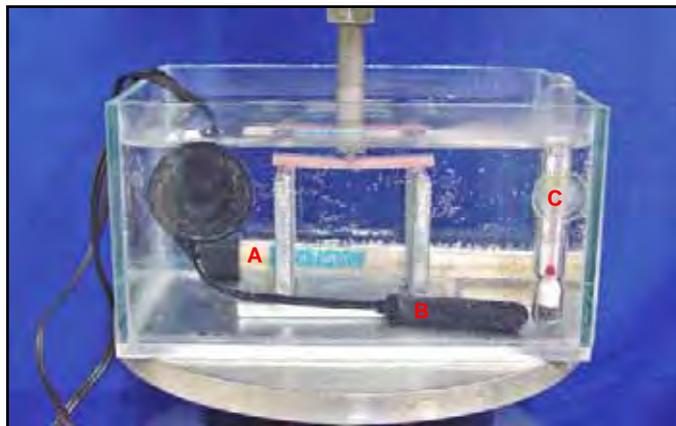


FIGURA 41 - Ensaio mecânico em água a  $37\pm 1,0^{\circ}\text{C}$ . A) aquecedor, B) célula de temperatura e C) termômetro.

Após o posicionamento dos corpos-de-prova, a força foi aplicada, gradativamente, até a fratura do corpo-de-prova, sendo os valores registrados em Newton (N). Posteriormente, os valores de resistência à flexão, máxima e no limite de proporcionalidade, foram calculados em MPa com base na seguinte fórmula:

$$\sigma = 3TL / 2bd^2,$$

onde  $\sigma$  = resistência flexural (MPa); T = carga de resistência à flexão, máxima ou no limite de proporcionalidade (N); L = distância entre os dois apoios inferiores (50 mm); b = largura do corpo-de-prova e d = altura do corpo-de-prova<sup>36</sup>. Os valores de resistência à flexão no limite de proporcionalidade foram determinados a partir de leituras manuais realizadas em cada gráfico tensão x deformação<sup>65,86</sup> obtido para cada corpo-de-prova, conforme exemplificado na Figura A1 do Apêndice.

#### ***4.7 Resistência de união por cisalhamento***

Para a confecção dos corpos-de-prova, inicialmente, 60 cilindros de PVC com 20 mm de diâmetro e 20 mm de altura foram totalmente preenchidos com cera utilidade (Figura 42)<sup>11,30,53</sup>. Em seguida, os cilindros foram incluídos nas bases de muflas metálicas convencionais com gesso tipo IV (Vel-Mix; Kerr, Romulus, Mich, Estados Unidos), proporcionado (150 g de pó e 30 mL de água) e manipulado de acordo com as instruções do fabricante. Quatro cilindros de PVC foram incluídos em cada base das muflas, de tal forma que metade de sua altura (aproximadamente 10 mm) ficasse exposta (Figura 43).

Após a inclusão dos cilindros de PVC nas bases das muflas, as superfícies do gesso e dos cilindros foram isoladas com isolante à base de alginato de sódio (Cel-Lac, SSWhite, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e fina camada de cera liquefeita, respectivamente. Em seguida, as contra-muflas foram acopladas às suas respectivas bases e a inclusão finalizada com gesso tipo IV.

Decorrido o período de presa do gesso (aproximadamente 1,0 h), as muflas foram abertas e a cera removida do interior dos cilindros de PVC com espátula e água fervente (Figura 44). A superfície interna de cada cilindro de PVC foi desengordurada com algodão embebido em álcool e, em seguida, seca com auxílio de pinça e algodão.

A resina acrílica para base de prótese L foi, então, proporcionada, manipulada e, na fase plástica, inserida no interior dos cilindros. A contra-mufla foi posicionada e todo o conjunto levado à prensagem (1,25 tonelada) em prensa hidráulica (Vipi Delta, Pirassununga, São Paulo, SP, Brasil), durante 30 min. Em seguida, as muflas foram posicionadas em prensa manual (OGP Produtos

Odontológicos, São Paulo, SP, Brasil) e submetidas ao ciclo curto de polimerização recomendado pelo fabricante do material L (Quadro 1), em termopolimerizadora automática (Solab Científica, Piracicaba, SP, Brasil). Concluída a polimerização, as muflas foram resfriadas sobre bancada por 30 min e, a seguir, em água corrente por 15 min. Os cilindros de PVC, contendo a resina de base polimerizada, foram demuflados, limpos em água corrente, inseridos em água destilada a  $37\pm 1,0^{\circ}\text{C}$  no interior de estufa (002CB, Fanem Ltda, São Paulo, SP, Brasil) e mantidos durante o período de  $50\pm 2,0\text{ h}^{36}$ .



FIGURA 42 - Cilindro de PVC preenchido com cera.



FIGURA 43 - Cilindros de PVC incluídos na base da mufla.

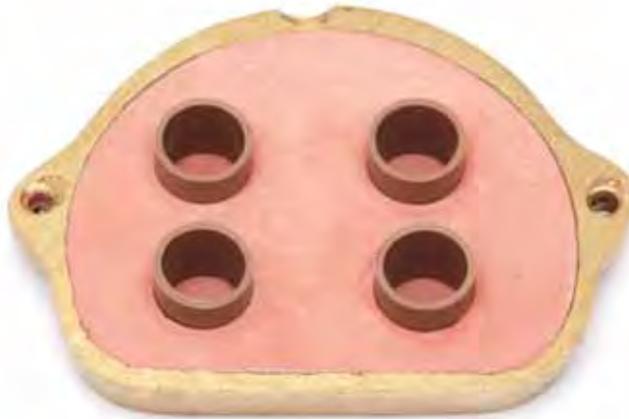


FIGURA 44 - Cilindros de PVC após a eliminação da cera.

Após armazenagem em água, os cilindros de PVC com a resina de base polimerizada foram submetidos a tratamento superficial para padronização da superfície de união. Para isso, a superfície da resina para base de prótese de cada cilindro de PVC foi padronizada sob constante irrigação, com lixas de carbeto de silício (3M ESPE, St. Paul, Minn, EUA) de granulação 240<sup>11,30,39,48,65</sup>, em politriz automática (Metaserv 2000, fabricado por Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) com velocidade (350 r.p.m.) e tempo controlados. Os cilindros foram mantidos na politriz durante 10 s para cada  $\frac{1}{4}$  de volta, totalizando 40 s de tratamento superficial, conforme realizado para o reembasamento dos corpos-de-prova de flexão<sup>11,30</sup>.

Após tratamento superficial em politriz, a superfície da resina de base foi limpa com escova dental, detergente e água destilada durante 20 s e, em seguida, seca com papel absorvente macio (Figura 45). A seguir, a superfície da resina de base foi tratada de acordo com as instruções dos fabricantes dos materiais reembasadores. Dessa forma, a superfície da resina de base foi tratada

com os adesivos fornecidos pelos fabricantes dos materiais E1, E2, NT e TR II e com o próprio monômero da resina L para o material K<sup>42</sup>, da mesma forma como descrito para o reembasamento dos corpos-de-prova de flexão. Logo após esse tratamento, uma etiqueta adesiva circular, com perfuração central de 3,5 mm de diâmetro, foi inserida sobre a superfície da resina de base, delimitando a área a ser reembasada (Figura 46).

Imediatamente após a delimitação da área de união, os cilindros foram individualmente posicionados no interior de matriz metálica bipartida contendo região central superior com abertura circular nas dimensões de 3,5 mm de diâmetro por 5,0 mm de altura (Figuras 47 e 48)<sup>11,30</sup>. Em seguida, as resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato foram proporcionadas (Quadro 1), manipuladas e inseridas, com ligeiro excesso, no orifício central superior da matriz, devidamente isolado com fina camada de vaselina sólida (Figura 49). A seguir, uma lâmina de vidro foi posicionada com pressão manual e mantida até a polimerização dos materiais. Após a polimerização, a matriz metálica, foi, então, aberta, obtendo-se o corpo-de-prova resina de base/reembasador (Figura 50).

Além disso, para avaliar a resistência de união entre os materiais nos casos de reembasamento mediato, cilindros das resinas de base foram obtidos e reembasados com a própria resina termicamente ativada L. Para isso, cilindros da resina L foram obtidos conforme descrito anteriormente. Em seguida, padrões em resina quimicamente ativada Duralay (Duralay, GC America, Alsip/Illinois, EUA) foram obtidos utilizando-se o orifício central da matriz metálica. Esses padrões foram fixados com cera pegajosa, no centro da superfície de união da

resina de base e os cilindros foram incluídos em mufla (Figura 51). Em seguida, os padrões foram moldados por meio da técnica simultânea de moldagem com silicone polimerizado por condensação nas consistências densa e fluida (Zetalabor, Zhermack, Badia Polesine, Rovigo, Itália).



FIGURA 45 - Resina de base após tratamento superficial em politriz.



FIGURA 46 - Superfície de união delimitada com etiqueta adesiva.



FIGURA 47 - Matriz metálica bipartida.

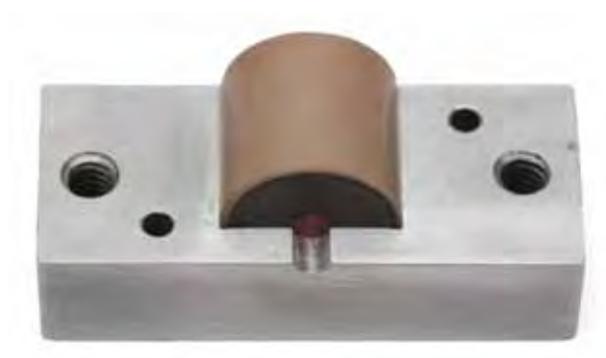


FIGURA 48 - Cilindro de PVC posicionado na base da matriz.



FIGURA 49 - Material reembasador inserido no orifício central da matriz.



FIGURA 50 - Corpo-de-prova finalizado.

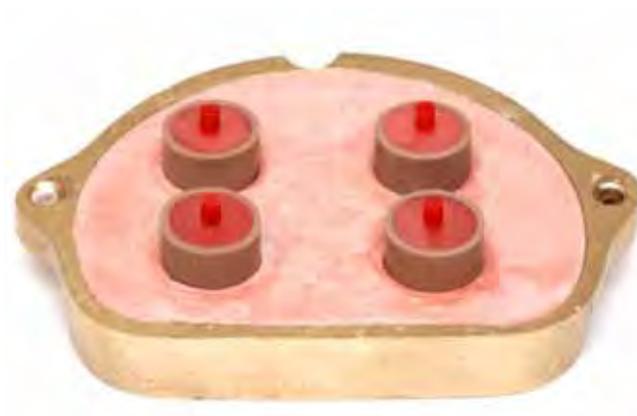


FIGURA 51 - Cilindros com os padrões de Duralay incluídos na base da mufla.

Após a polimerização do material de moldagem (aproximadamente 6,0 min), a contra-mufla foi posicionada sobre sua base e preenchida com gesso tipo IV. Após a presa do gesso, a mufla foi aberta, o padrão removido e moldes em silicone obtidos (Figura 52). A seguir, a superfície da resina de base L foi submetida a acabamento em politriz com lixa de granulação 240, conforme descrito anteriormente. Após acabamento em politriz, a superfície de união foi limpa por meio de escovação com detergente e água destilada e seca com papel absorvente. A seguir, a superfície foi tratada com monômero da resina L, aplicado com pincel durante 180 s<sup>65,91</sup>. Tendo como referência o molde em silicone, a etiqueta adesiva circular foi posicionada de modo que o orifício do molde coincidissem com o orifício da etiqueta, mantendo-se a face adesiva voltada para a resina de base. A contra-mufla foi colocada em posição obtendo-se a fixação da etiqueta na superfície da resina de base (Figura 53). Dessa forma, a área do reembasamento foi delimitada da mesma forma como realizado para o reembasamento com os materiais quimicamente ativados.

Após a delimitação da superfície de união, a resina L foi proporcionada, manipulada e inserida, na fase plástica, no molde de silicone. A seguir, a mufla foi fechada e os procedimentos de prensagem, polimerização, resfriamento e remoção do corpo-de-prova foram realizados conforme descrito anteriormente.

Os corpos-de-prova reembasados com as resinas quimicamente ativadas foram submetidos aos ensaios mecânicos de resistência de união por cisalhamento 30 min após confecção. Os corpos-de-prova obtidos pela técnica de reembasamento mediato foram submetidos aos ensaios mecânicos após armazenagem em água destilada a  $37\pm 1,0^{\circ}\text{C}$  durante  $50\pm 2\text{ h}^{36}$ .



FIGURA 52 - Moldes em silicone.



FIGURA 53 - Superfícies de união delimitadas com etiquetas adesivas.

#### 4.7.1 Ensaio mecânico de cisalhamento

A resistência de união entre as resinas para reembasamento e a resina para base de prótese foi avaliada por meio do teste de cisalhamento, realizado em máquina de ensaios eletromecânica EMIC (Modelo DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com força compressiva, velocidade constante de 0,5 mm/ min<sup>11,30,48,96</sup> e célula de carga de 5,0 kN. Para isso, foram utilizados um cinzel metálico com largura de 5,0 mm e um dispositivo metálico confeccionado para a fixação dos corpos-de-prova durante os ensaios mecânicos. A superfície ativa do cinzel foi posicionada o mais próximo possível da interface resina de base/reembasador (Figura 54) e os ensaios mecânicos foram realizados, no interior de recipiente com água destilada a 37±1,0°C (Figura 55), até a falha da união entre os materiais. Para controlar a temperatura da água durante a realização dos ensaios mecânicos, o aquecedor e o termostato descritos para os ensaios de flexão foram utilizados. Os valores de resistência de união (MPa) foram calculados pelo programa da máquina de ensaios mecânicos (Tesc, versão 3.04), baseando-se na área de união dos corpos-de-prova (9,62 mm<sup>2</sup>), obtida por meio da seguinte fórmula:

$$\pi.R^2,$$

onde “ $\pi$ ”  $\cong$  3,141593 e “R” é o raio da superfície de união (1,75 mm).



FIGURA 54 - Cinzel posicionado na interface de união.



FIGURA 55 - Ensaio mecânico sendo realizado em água a  $37\pm 1,0^{\circ}\text{C}$ .

#### *4.8 Metodologia estatística*

Os resultados foram tabulados e submetidos aos testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e homogeneidade de variância (Levene) para verificar a distribuição dos dados amostrais. Com base nos resultados observados por meio desses testes, pôde-se determinar o método estatístico mais adequado em nível de significância de 5,0%.

A análise de variância, em nível 5,0% de significância, foi o procedimento estatístico empregado para avaliar a significância do fator material sobre as propriedades em estudo. Complementando a análise de variância, o teste de Tukey, também em nível de 5,0 % de significância, foi utilizado para a comparação múltipla de médias duas a duas entre os materiais. Além disso, como a resistência à flexão foi calculada na tensão máxima de ruptura e no limite de proporcionalidade, para avaliar a o coeficiente de correlação (“r”) entre essas variáveis, foi empregada uma regressão linear do tipo:

$$y = a * x,$$

onde “y” é a resistência à flexão na tensão máxima de ruptura, “a” é o coeficiente de regressão e “x” é a resistência à flexão no limite de proporcionalidade.

Resultado

---

## 5 Resultado

### 5.1 Comportamento exotérmico durante reação de polimerização

Os valores originais de pico de temperatura (°C), tempo (s) até o pico de temperatura e tempo (s) de polimerização até estabilização em 37°C de todos os materiais são apresentados na Tabela A1 do Apêndice. Na Figura 56 estão representadas graficamente as curvas de alteração de temperatura em função do tempo, durante a reação de polimerização de cada material. Predominam as indicações da análise de variância e do teste de Tukey sobre a evidência de diferença significativa entre as curvas, mas a sobreposição das mesmas permite quantificar essas diferenças: quanto maior a sobreposição, menor é a evidência de diferença entre a reação exotérmica dos materiais.

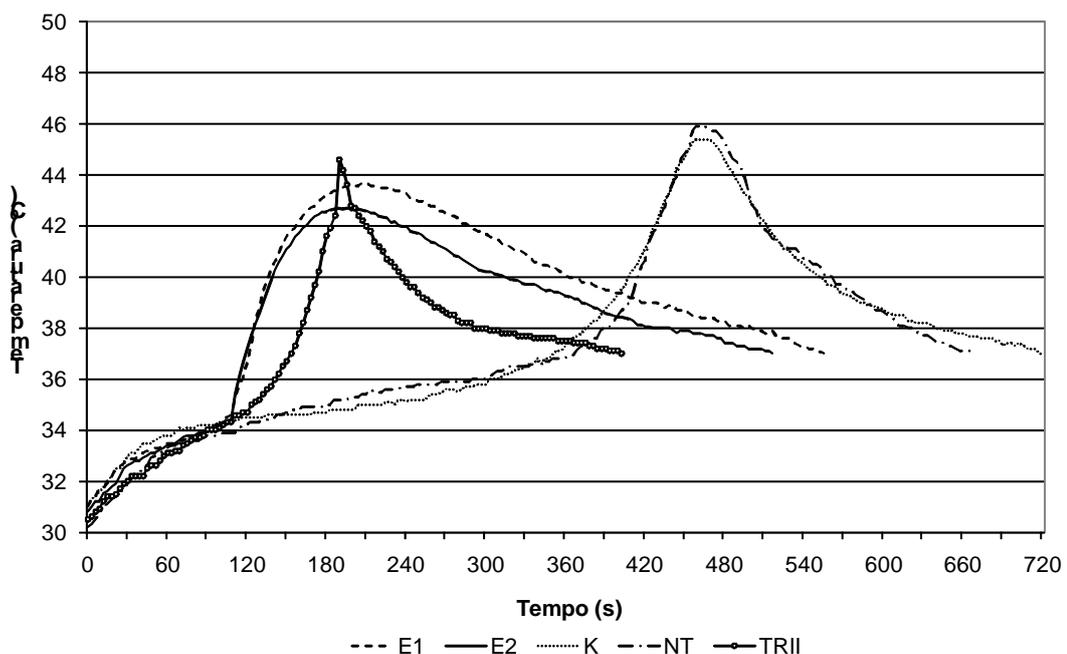


FIGURA 56 - Curvas tempo-temperatura dos materiais durante a polimerização.

Os resumos das análises de variância são apresentados nas Tabelas A2, A3 e A4 do Apêndice, onde se observa efeito significativo para o fator material ( $P < 0,001$ ) sobre o pico de temperatura, tempo até o pico de temperatura e tempo total de polimerização até 37°C, respectivamente. Os resultados do teste de Tukey, em nível de 5,0% de significância, para avaliar esse efeito, podem ser observados na Tabela 1.

Tabela 1 - Valores de média e desvios-padrão ( $\pm$ ) de pico de temperatura (°C), tempo (s) até o pico de temperatura e tempo (s) de polimerização até estabilização em 37°C

Material	Pico de temperatura	Tempo até o pico	Tempo até 37°C
E1	43,7 ( $\pm 0,40$ ) BC	209 ( $\pm 1,73$ ) B	553 ( $\pm 2,87$ ) C
E2	42,7 ( $\pm 0,59$ ) C	187 ( $\pm 7,50$ ) B	511 ( $\pm 7,89$ ) D
K	45,7 ( $\pm 0,73$ ) A	456 ( $\pm 5,74$ ) A	717 ( $\pm 2,45$ ) A
NT	45,6 ( $\pm 0,22$ ) A	439 ( $\pm 27,65$ ) A	685 ( $\pm 13,72$ ) B
TR II	44,9 ( $\pm 1,38$ ) AB	189 ( $\pm 7,35$ ) B	411 ( $\pm 10,68$ ) E

Verticalmente, letras iguais representam valores de médias estatisticamente semelhantes entre si ( $P > 0,05$ ).

A partir da interpretação da Tabela 1, observa-se que os materiais K e NT apresentaram resultados semelhantes de pico de temperatura ao material TR II ( $P = 0,573$  e  $P = 0,680$ , respectivamente) e superiores àqueles produzidos por E1 ( $P = 0,013$  e  $P = 0,018$ , respectivamente) e E2 ( $P < 0,001$ ). TR II apresentou pico de temperatura estatisticamente semelhante a E1 ( $P = 0,203$ ) e superior ( $P = 0,009$ ) a E2. Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre os resultados de pico de temperatura dos materiais E1 e E2 ( $P = 0,468$ ).

Os materiais K e NT apresentaram maior tempo para atingir o pico de temperatura. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os resultados dos materiais E1, E2 e TR II ( $P>0,05$ ). O tempo total de polimerização até estabilização em 37°C pôde ser agrupado de acordo com a seguinte desigualdade:  $K>NT>E1>E2>TR\ II$  ( $P<0,001$ ).

## 5.2 Grau de conversão por espectroscopia de infravermelho

Os valores originais de grau de conversão (%) de todos os materiais são apresentados na Tabela A5 do Apêndice.

O resumo da análise de variância está apresentado na Tabela A6 do Apêndice, onde se observa efeito significativo para o fator material ( $P<0,001$ ) sobre o grau de conversão. Na Tabela 2, as médias e os resultados do teste de Tukey podem ser observados.

Tabela 2 - Valores de média e desvios-padrão ( $\pm$ ) de grau de conversão (%)

Material					
E1	E2	K	NT	TR II	L
83,58 D ( $\pm 1,86$ )	88,14 C ( $\pm 1,64$ )	85,18 CD ( $\pm 1,00$ )	97,37 A ( $\pm 0,35$ )	91,62 B ( $\pm 0,98$ )	92,90 B ( $\pm 2,87$ )

Letras iguais representam valores de médias estatisticamente semelhantes entre si ( $P>0,05$ ).

O material NT apresentou o maior valor de média ( $P < 0,004$ ) de grau de conversão, seguido por TR II e L, que apresentaram valores estatisticamente semelhantes entre si ( $P = 0,826$ ). E2 produziu grau de conversão estatisticamente semelhante a K ( $P = 0,089$ ) e superior a E1 ( $P = 0,003$ ). Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre os valores de média de grau de conversão produzidos pelos materiais K e E1 ( $P = 0,646$ ).

### *5.3 Sorção de água, solubilidade em água e estabilidade dimensional linear*

Os valores originais de sorção de água ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ), solubilidade em água ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ) e alteração dimensional linear de todos os materiais são apresentados, respectivamente, nas Tabelas A7, A8 e A9 do Apêndice.

As Tabelas A10, A11 e A12 do Apêndice contêm os resumos das análises de variância, onde se observa efeito significativo para o fator material ( $P < 0,001$ ) sobre as propriedades de sorção de água, solubilidade em água e contração linear de polimerização, respectivamente. Os valores de média dessas propriedades e os resultados dos testes de Tukey são exibidos na Tabela 3.

Tabela 3 - Valores de média e desvios-padrão ( $\pm$ ) de sorção de água ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ), solubilidade em água ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ) e alteração dimensional linear (%)

Material	E1	E2	K	NT	TR II	L
Sorção	16,93 B ( $\pm 0,78$ )	17,65 B ( $\pm 1,50$ )	13,63 C ( $\pm 1,34$ )	21,11 A ( $\pm 1,27$ )	16,66 B ( $\pm 1,35$ )	23,19 A ( $\pm 1,60$ )
Solubilidade	0,75 B ( $\pm 0,15$ )	1,22 B ( $\pm 0,27$ )	0,90 B ( $\pm 0,25$ )	2,81 A ( $\pm 0,32$ )	2,88 A ( $\pm 0,59$ )	0,75 B ( $\pm 0,17$ )
Alteração dimensional	-0,21 C ( $\pm 0,02$ )	-0,22 C ( $\pm 0,02$ )	-0,25 B ( $\pm 0,02$ )	-0,32 A ( $\pm 0,02$ )	-0,21 C ( $\pm 0,02$ )	-0,29 A ( $\pm 0,02$ )

Horizontalmente, letras iguais representam valores de médias estatisticamente semelhantes entre si ( $P > 0,05$ ).

Pode-se verificar, na Tabela 3, que os materiais L e NT apresentaram os maiores valores de média ( $P < 0,006$ ) de sorção de água. Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre os resultados de sorção de água dos materiais E1, E2 e TR II ( $P > 0,843$ ). K produziu o menor valor de média de sorção de água ( $P < 0,017$ ).

Os maiores valores de solubilidade em água ( $P < 0,001$ ) foram observados para os materiais NT e TR II. Não foram verificadas diferenças estatisticamente significantes entre os resultados de solubilidade em água dos materiais E1, E2, K e L ( $P > 0,229$ ).

A comparação entre os materiais permite observar que L e NT produziram os maiores valores ( $P < 0,001$ ) de alteração dimensional linear, seguidos pelo material K ( $P < 0,021$ ). Não foram observadas diferenças

estatisticamente significantes entre os valores de média de alteração dimensional linear ( $P > 0,913$ ) dos materiais E1, E2 e TR II.

#### 5.4. Análise térmica dinâmico-mecânica

Os valores originais de Log E' e tan  $\delta$  a 37°C do primeiro ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica e de Log E' a 37°C, Log E' na Tg, tan  $\delta$  a 37°C, tan  $\delta$  máximo e Tg do último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica são apresentados nas Tabelas A13 e A14 do Apêndice.

Os resumos das análises de variância estão apresentados nas Tabelas A15 a A19, onde se observa efeito significativo para o fator material ( $P < 0,05$ ) sobre todas as variáveis avaliadas. Nas Tabelas 4 e 5 encontram-se os resultados do primeiro e do último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica, respectivamente, bem como os resultados dos testes de Tukey.

Tabela 4 - Valores de média e desvios-padrão ( $\pm$ ) de Log E' e tan  $\delta$  a 37°C do primeiro ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica

Material	Log E' a 37°C	tan $\delta$ a 37°C
E1	8,994 ( $\pm 0,062$ ) A	0,127 ( $\pm 0,022$ ) B
E2	8,950 ( $\pm 0,071$ ) A	0,126 ( $\pm 0,021$ ) B
K	8,850 ( $\pm 0,073$ ) A	0,225 ( $\pm 0,024$ ) A
NT	8,837 ( $\pm 0,039$ ) A	0,230 ( $\pm 0,003$ ) A
TR II	8,995 ( $\pm 0,005$ ) A	0,127 ( $\pm 0,062$ ) B
L	9,253 ( $\pm 0,011$ ) B	0,067 ( $\pm 0,001$ ) B

Verticalmente, letras iguais representam valores de médias estatisticamente semelhantes entre si ( $P > 0,05$ ).

Ao interpretar os resultados dos testes de Tukey na Tabela 4, pode-se observar que a resina para base de prótese L produziu valor de média de Log E' a 37°C significativamente superior àqueles produzidos pelas resinas para reembasamento imediato ( $P < 0,019$ ). Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre os resultados de Log E' a 37°C produzido pelas resinas para reembasamento imediato E1, E2, K, NT e TR II ( $P > 0,136$ ).

Os materiais K e NT apresentaram os maiores valores de média ( $P < 0,023$ ) de  $\tan \delta$  a 37°C, não tendo havido diferença significativa entre os demais materiais ( $P > 0,156$ ).

Tabela 5 - Valores de média e desvios-padrão ( $\pm$ ) de Log E' a 37°C,  $\tan \delta$  a 37°C e Tg (°C) obtidos no último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica

Material	Log E' a 37°C	$\tan \delta$ a 37°C	Tg (°C)
E1	9,204 ( $\pm 0,006$ ) AB	0,067 ( $\pm 0,002$ ) C	77,0 ( $\pm 0,2$ ) D
E2	9,173 ( $\pm 0,021$ ) AB	0,067 ( $\pm 0,002$ ) C	76,5 ( $\pm 0,3$ ) D
K	9,089 ( $\pm 0,137$ ) ABC	0,124 ( $\pm 0,0003$ ) B	90,7 ( $\pm 0,1$ ) C
NT	8,876 ( $\pm 0,005$ ) C	0,184 ( $\pm 0,014$ ) A	72,7 ( $\pm 0,7$ ) E
TR II	9,049 ( $\pm 0,006$ ) BC	0,107 ( $\pm 0,0004$ ) B	97,5 ( $\pm 0,3$ ) B
L	9,286 ( $\pm 0,013$ ) A	0,065 ( $\pm 0,001$ ) C	127,5 ( $\pm 0,2$ ) A

Verticalmente, letras iguais representam valores de médias estatisticamente semelhantes entre si ( $P > 0,05$ ).

A Tabela 5 contém os valores de média ( $\pm$ desvios-padrão) de Log E' a 37°C,  $\tan \delta$  a 37°C e Tg de todos os materiais, obtidos no último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica. Verifica-se que a resina para base de prótese

L apresentou Log E' a 37°C estatisticamente semelhante às resinas E1 ( $P=0,715$ ), E2 ( $P=0,450$ ) e K ( $P=0,089$ ). E1 e E2 apresentaram Log E' a 37°C estatisticamente semelhante a K ( $P>0,424$ ) e TR II ( $P>0,200$ ) e superior aquele produzido por NT ( $P<0,016$ ). Não houve diferença no Log E' a 37°C dos materiais K, TR II e NT ( $P>0,065$ ).

O material NT produziu o maior valor de média ( $P<0,002$ ) de  $\tan \delta$  a 37°C, seguido por K e TR II, que apresentaram  $\tan \delta$  a 37°C superior a E1, E2 e L ( $P<0,05$ ). Não houve diferença entre os valores de  $\tan \delta$  a 37°C dos materiais E1, E2 e L ( $P=1,000$ ).

A resina para base de prótese L apresentou o maior valor de média ( $P<0,001$ ) de  $T_g$ , seguida pelo material TR II ( $P<0,001$ ). K produziu resultados intermediários de  $T_g$ , inferiores ( $P<0,001$ ) aos da resina TR II e superiores ( $P<0,001$ ) aqueles produzidos pelos materiais E1, E2 e NT. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os resultados de  $T_g$  dos materiais experimentais E1 e E2 ( $P=0,766$ ). NT apresentou o menor valor de média ( $P<0,001$ ) de  $T_g$ .

### ***5.5. Resistência à flexão***

Os valores originais de resistência à flexão (MPa), na tensão máxima de ruptura e no limite de proporcionalidade, para os materiais intactos e reembasados são apresentados nas Tabelas A20 a A23 do Apêndice.

Os resumos das análises de variância para os resultados dos materiais intactos são apresentados nas Tabelas A24 e A25 do Apêndice, onde se observa efeito significativo para o fator material ( $P<0,001$ ) sobre a resistência à

flexão na tensão máxima de ruptura e no limite de proporcionalidade, respectivamente. Na Tabela 6 são exibidos os valores de média ( $\pm$ desvios-padrão) de resistência à flexão (MPa) dos materiais intactos, na tensão máxima de ruptura e no limite de proporcionalidade, bem como os resultados dos testes de Tukey.

Tabela 6 - Valores de média e desvios-padrão ( $\pm$ ) de resistência à flexão (MPa) dos materiais intactos, na tensão máxima de ruptura e no limite de proporcionalidade

Material	Tensão máxima	Limite de proporcionalidade
E1	32,44 ( $\pm$ 1,49) BC	17,52 ( $\pm$ 2,23) B
E2	30,96 ( $\pm$ 2,94) C	17,09 ( $\pm$ 2,56) B
K	19,09 ( $\pm$ 3,05) D	8,44 ( $\pm$ 2,17) C
NT	9,93 ( $\pm$ 1,27) E	3,93 ( $\pm$ 0,47) D
TR II	35,24 ( $\pm$ 1,89) B	15,25 ( $\pm$ 1,48) B
L	65,02 ( $\pm$ 3,98) A	29,17 ( $\pm$ 3,44) A

Verticalmente, letras iguais representam valores de médias estatisticamente semelhantes entre si ( $P>0,05$ ).

A partir da interpretação da Tabela 6, pode-se verificar que a resina para base de prótese L apresentou o maior valor de resistência à flexão na tensão máxima de ruptura ( $P<0,001$ ). TR II produziu resistência à flexão na tensão máxima de ruptura semelhante a E1 ( $P=0,176$ ) e superior ( $P<0,008$ ) aos demais materiais para reembasamento imediato. Os resultados obtidos para os materiais E1 e E2 foram estatisticamente semelhantes ( $P=0,804$ ) entre si e superiores aos

obtidos para K e NT ( $P < 0,001$ ). O menor valor de média ( $P < 0,001$ ) de resistência à flexão na tensão máxima de ruptura foi produzido por NT.

Resultados semelhantes podem ser observados para a resistência à flexão dos materiais no limite de proporcionalidade. O maior valor de média ( $P < 0,001$ ) de resistência à flexão no limite de proporcionalidade foi apresentado por L. Os resultados obtidos para os materiais E1, E2 e TR II foram estatisticamente semelhantes entre si ( $P > 0,228$ ) e superiores aqueles obtidos para K ( $P < 0,001$ ) e NT ( $P < 0,001$ ). NT produziu o menor valor de média ( $P < 0,002$ ) de resistência à flexão no limite de proporcionalidade.

Nas Tabelas A26 e A27 do Apêndice são apresentados os resumos das análises de variância para os resultados dos corpos-de-prova reembasados, onde também se observa efeito significativo para o fator material ( $P < 0,001$ ). Os valores de média de resistência à flexão (MPa), na tensão máxima de ruptura e no limite de proporcionalidade, estão contidos na Tabela 7, bem como os resultados do teste de Tukey.

Tabela 7 - Valores de média de resistência à flexão (MPa) dos materiais reembasados, na tensão máxima de ruptura e no limite de proporcionalidade

Material	Tensão máxima	Limite de proporcionalidade
L-E1	50,78 ( $\pm 5,00$ ) C	23,69 ( $\pm 2,53$ ) C
L-E2	50,39 ( $\pm 4,37$ ) C	22,04 ( $\pm 2,65$ ) C
L-K	45,61 ( $\pm 5,90$ ) CD	20,76 ( $\pm 2,66$ ) CD
L-NT	42,35 ( $\pm 2,59$ ) D	17,65 ( $\pm 2,87$ ) D
L-TR II	51,80 ( $\pm 5,81$ ) C	22,93 ( $\pm 2,91$ ) C
L-L	84,27 ( $\pm 5,11$ ) A	35,10 ( $\pm 4,56$ ) A
L	65,02 ( $\pm 3,98$ ) B	29,17 ( $\pm 3,44$ ) B

Verticalmente, letras iguais representam valores de médias estatisticamente semelhantes entre si ( $P > 0,05$ ).

Independentemente da tensão avaliada, máxima ou no limite de proporcionalidade, observa-se na Tabela 7 que a resistência dos materiais reembasados se comportou de maneira semelhante. A combinação L-L (reembasamento mediato) apresentou os maiores valores de resistência à flexão, seguida pelo material L intacto ( $P < 0,05$ ), introduzido nesta análise como parâmetro comparativo. L-TR II, L-E1 e L-E2 produziram resistência à flexão estatisticamente semelhante à combinação L-K ( $P > 0,05$ ) e superior à combinação L-NT ( $P < 0,05$ ). Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre a resistência à flexão das combinações L-K e L-NT ( $P > 0,05$ ).

Pelos resultados apresentados nas Tabelas 6 e 7, observam-se semelhanças entre as comparações de médias de resistência à flexão na tensão máxima de ruptura e no limite de proporcionalidade. Para estudar a relação entre

os resultados de resistência obtidos a partir dessas duas variáveis de cálculo, uma análise de regressão foi realizada. O coeficiente de regressão (“a”) informa quantas vezes a resistência máxima é maior que a resistência no limite de proporcionalidade. Essa relação é tanto mais precisa quanto mais próximo de 1,0 está o coeficiente de correlação (“r”). Dessa forma, a partir da interpretação das Figuras 57 e 58, observa-se que houve alta correlação entre as variáveis avaliadas para os materiais intactos ( $r= 0,954$ ) e reembasados ( $r= 0,836$ ).

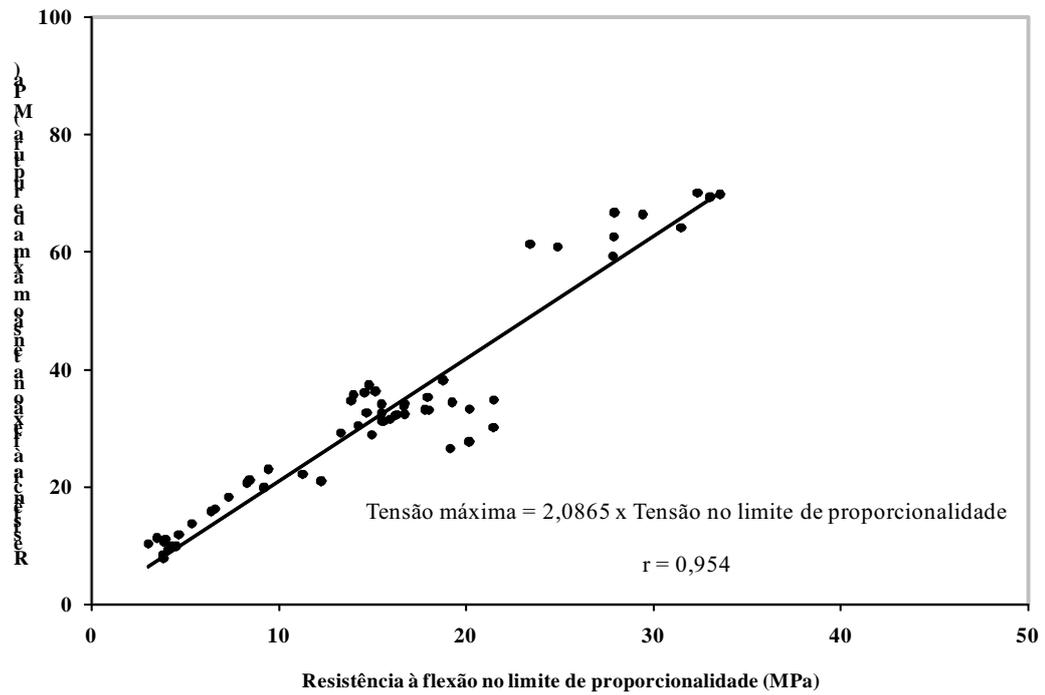


FIGURA 57 - Diagrama de dispersão da resistência à flexão na tensão máxima de ruptura em relação à tensão no limite de proporcionalidade dos materiais intactos.

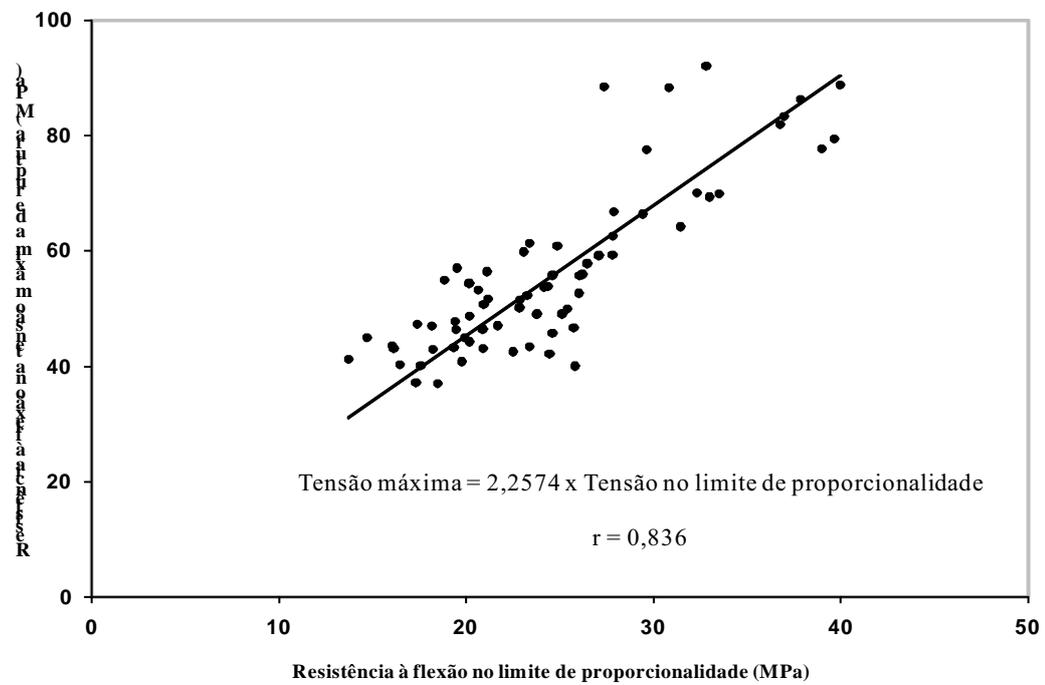


FIGURA 58 - Diagrama de dispersão da resistência à flexão na tensão máxima de ruptura em relação à tensão no limite de proporcionalidade dos materiais reembasados.

### 5.6 Resistência de união por cisalhamento

Os valores originais de resistência de união (MPa) por cisalhamento de todos os materiais são apresentados na Tabela A28 do Apêndice.

O resumo da análise de variância é apresentado na Tabela A29, onde se observa efeito significativo para o fator material ( $P < 0,001$ ) sobre a resistência de união por cisalhamento. Os valores de média ( $\pm$  desvios-padrão) de resistência de união (MPa) e o resultado do teste de Tukey estão apresentados na Tabela 8.

Tabela 8 - Valores de média e desvios-padrão ( $\pm$ ) de resistência de união (MPa)

Material					
L-E1	L-E2	L-K	L-NT	L-TR II	L-L
9,31 B	8,88 B	5,41 C	4,64 C	8,31 B	19,91 A
( $\pm 1,32$ )	( $\pm 1,19$ )	( $\pm 1,20$ )	( $\pm 0,90$ )	( $\pm 2,21$ )	( $\pm 2,36$ )

Letras iguais representam valores de médias estatisticamente semelhantes entre si ( $P > 0,05$ ).

Pela interpretação da Tabela 8, pode-se notar que a combinação L-L (reembasamento mediato) produziu o maior valor de média ( $P < 0,001$ ) de resistência de união por cisalhamento. As combinações L-E1, L-E2 e L-TR II resultaram em valores de resistência de união estatisticamente semelhantes entre si ( $P > 0,741$ ) e superiores aqueles das combinações L-K ( $P < 0,004$ ) e L-NT ( $P < 0,001$ ).

# Discussão

---

## *6 Discussão*

O presente estudo caracterizou diferentes propriedades físico-químicas e mecânicas de resinas para reembasamento imediato, incluindo materiais experimentais à base de agentes de ligação cruzada, e uma resina para base de prótese. De maneira geral, as resinas experimentais apresentaram propriedades similares ao material TR II e superiores aos materiais K e NT. Além disso, algumas de suas propriedades se aproximaram da resina termicamente ativada para base de prótese e reembasamento mediato L.

Durante a realização do reembasamento imediato, um importante aspecto a ser considerado é a quantidade de calor liberada pelas resinas quimicamente ativadas<sup>5,52,102</sup>, além do tempo necessário para sua polimerização<sup>40,52</sup>. Segundo Kim, Watts<sup>40</sup>, em 2004, durante a reação de polimerização, ligações insaturadas de carbono (C=C) são convertidas em ligações saturadas, e a diferença de energia entre esses dois tipos de ligação (80 kJ/mol) é responsável pela emissão de calor. No presente estudo, a reação exotérmica de polimerização dos materiais foi caracterizada por meio do pico de temperatura, do tempo necessário até o pico de temperatura e do tempo necessário para estabilização em 37°C, mensurados por meio de termopar do tipo K<sup>2,52</sup>. As elevações de temperatura apresentadas pelos materiais reembasadores variaram entre 12 e 15°C. Embora diferenças estatísticas tenham sido observadas entre os resultados de pico de temperatura, os valores foram situados entre 42,7 e 45,7°C, bem inferiores ao limite máximo de 75°C estipulado pela ADA n°. 17<sup>2</sup>. Os resultados obtidos para o pico de temperatura do material K (45,7°C) são

corroborados por estudos prévios<sup>16,52,102</sup>, em que esse material também apresentou pico de temperatura próximo a 45°C. Outra importante informação observada no presente estudo é que os materiais metacrílicos (K e NT) apresentaram maiores resultados de tempo até o pico de temperatura e para estabilização em 37°C em relação aos materiais compostos por dimetacrilatos (E1, E2 e TR II). Esses resultados estão de acordo com o estudo de Kim, Watts<sup>40</sup>, em que um material metacrílico apresentou tempo até o pico de temperatura superior a dois materiais compostos por dimetacrilatos. A reação de polimerização mais acelerada dos materiais que apresentam agentes de ligação cruzada em sua composição deve estar associada à sua maior reatividade, proporcionada pela distância aumentada entre os dois grupos metacrílicos funcionais<sup>68</sup>. Com base nesses resultados, a utilização de reembasadores contendo agentes de ligação cruzada parece proporcionar maior conveniência aos profissionais e pacientes, possibilitando a realização de procedimentos clínicos com maior rapidez.

O grau de conversão dos materiais foi avaliado por meio de espectroscopia de infravermelho por transformadas de Fourier. Diversas técnicas de análise por infravermelho têm sido utilizadas para avaliar o grau de conversão de diferentes polímeros odontológicos<sup>13,88,89,97,98</sup>, incluindo o método de análise com acessório para reflexão total atenuada (FTIR-ATR)<sup>98</sup>. O FTIR-ATR é um método baseado no fenômeno físico de reflexão de luz na interface de dois materiais com diferentes índices de refração<sup>98</sup>. Durante a reflexão de luz, o feixe de infravermelho penetra nas camadas superficiais e o espectro de cada material é gerado. Com base nos espectros obtidos em amostras polimerizadas e não

polimerizadas, o grau de conversão dos materiais é calculado. No presente estudo, o material NT exibiu o maior grau de conversão (97,37%), seguido por TR II e L, que produziram valores de grau de conversão semelhantes entre si e superiores às resinas experimentais E1 e E2 e à resina K. Apesar dessas diferenças, os resultados de grau de conversão dos materiais avaliados foram superiores a 80% e, segundo Bartoloni et al.<sup>13</sup>, resultados próximos ou superiores à 90% são considerados satisfatórios para se obter adequadas propriedades mecânicas. Esses autores observaram que o grau de conversão de três resinas para base de prótese variou entre 90,9 e 92,7%, semelhantemente aos resultados da resina L (92,9%) avaliada no presente estudo.

Levando em consideração que há uma relação inversa entre o grau de conversão e o conteúdo de monômero residual<sup>92,93</sup>, o elevado grau de conversão do material NT não era esperado. Em um estudo prévio<sup>89</sup>, esse material apresentou alta concentração de monômero residual (519 µg/mL) após polimerização, superior àquela produzida por três resinas para reembasamento imediato. Da mesma forma, considerando que a resina L possui, após ciclo curto de polimerização, apenas 0,08% de monômero residual<sup>88</sup>, era de se esperar que seu grau de conversão fosse superior ao da resina NT, o que não pôde ser observado. Provavelmente, o elevado grau de conversão produzido pela resina NT esteja associado à sua baixa viscosidade e  $T_g$  (72,7°C). De acordo com Pereira et al.<sup>57</sup>, valores baixos de  $T_g$  e viscosidade contribuem para uma maior mobilidade e flexibilidade das cadeias monoméricas, favorecendo o grau de conversão dos materiais. O material K, por sua vez, com exceção do plastificante di-n-

butilftalato, possui composição química semelhante ao material NT<sup>7</sup>. Apesar disso, a resina K apresentou menor grau de conversão em relação ao material NT, provavelmente, devido à sua maior  $T_g$  (90,7°C) e viscosidade. Resultados semelhantes foram encontrados em um estudo prévio<sup>89</sup>, em que o material NT produziu grau de conversão (94,1%) superior ao material K (81,3%).

Outro aspecto relevante, é que o grau de conversão dos polímeros com agentes de ligação cruzada tende a ser aumentado em função da distância entre os grupos funcionais dos dimetacrilatos, que aumenta a reatividade do monômero<sup>68</sup>. Dessa forma, os 39% de agente de ligação cruzada 1,9-NDMA devem ter contribuído para uma maior reatividade e conversão do material TR II (91,62%), que apresentou grau de conversão semelhante à resina de base L (92,90%). Além disso, de acordo com Viljanen et al.<sup>97</sup>, a adição de AAEM pode favorecer o grau de conversão em polímeros, devido à alta reatividade proporcionada pela baixa viscosidade e grande flexibilidade desse monômero. Dessa forma, a alta concentração de AAEM (59%), presente na resina TR II, também pode estar relacionada ao seu elevado grau de conversão. Embora os materiais experimentais E1 e E2 possuam alta concentração de agentes de ligação cruzada, e baixa temperatura de transição vítrea, seu grau de conversão foi inferior à maioria dos materiais avaliados. De acordo com diversos autores<sup>67,68,87</sup>, parte dos monômeros dimetacrilatos reagem somente em uma de suas extremidades, resultando em grupos funcionais pendentes, que permanecem unidos ao polímero e não são solubilizados, podendo, inclusive atuar como plastificantes. Com base nessas informações, é possível que, devido à alta concentração de agentes de

ligação cruzada, uma maior quantidade de grupos funcionais não tenha reagido completamente e suas ligações insaturadas (C=C) tenham sido detectadas durante a análise de infravermelho<sup>67</sup>. Além disso, os valores de grau de conversão dos materiais experimentais E1 e E2 (83,58 e 88,14%, respectivamente) foram próximos ou superiores aqueles obtidos para os reembasadores avaliados por Urban et al.<sup>89</sup> Portanto, seria razoável esperar que, embora o grau de conversão desses materiais tenha sido estatisticamente inferior aquele do material TR II, seu conteúdo de monômero residual seja mínimo. Estudos adicionais que quantifiquem o conteúdo de monômero residual desses materiais, bem como sua liberação em meio aquoso e salivar são necessários para comprovar esta hipótese.

Os testes de sorção e solubilidade em água foram realizados de acordo com as recomendações da ISO 1567<sup>36</sup>. De acordo com essa especificação, as resinas para base de prótese e reembasamento imediato não devem apresentar sorção de água superior a  $32 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ . Além disso, a solubilidade em água não deve ser superior a  $1,6 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  para as resinas de base, nem superior a  $8,0 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  para os materiais reembasadores imediatos. Todos os materiais avaliados apresentaram resultados de sorção e solubilidade em água bem abaixo dos limites máximos estipulados. De acordo com Meloto et al.<sup>46</sup>, a sorção de água, dentro de limites aceitáveis, pode ser considerada uma propriedade desejável para as resinas acrílicas, compensando a contração de polimerização das resinas e, dessa forma, contribuindo para a adaptação clínica das próteses. Por outro lado, as moléculas de água absorvidas podem agir como plastificante no interior desses materiais, podendo comprometer suas propriedades mecânicas e estabilidade

dimensional<sup>6,11,25,26,65,72,73,84,86,101</sup>. Além disso, a solubilidade de alguns dos constituintes e subprodutos desses materiais, tais como aditivos, fenil benzoato, formaldeído, ácido metacrílico, ácido benzóico e fenil salicilato, pode comprometer suas propriedades mecânicas<sup>84</sup> e causar irritação aos tecidos da cavidade bucal<sup>18,68</sup>. De acordo com os resultados do presente estudo, a resina de base L e a resina para reembasamento NT apresentaram os maiores valores de sorção de água. Como há uma relação direta entre o conteúdo de monômero residual dos polímeros e sua sorção de água<sup>26,38</sup> pelo processo de difusão<sup>14</sup>, esse resultado não era esperado. Levando em consideração que a resina L possui concentração de monômero residual consideravelmente inferior a algumas resinas para reembasamento imediato<sup>88</sup>, seria esperado que sua sorção de água fosse inferior àquela de todos os reembasadores imediatos. Por outro lado, embora as resinas termicamente ativadas normalmente apresentem sorção de água inferior às resinas quimicamente ativadas<sup>6</sup>, resultados semelhantes aos do presente estudo podem ser encontrados na literatura<sup>25,74</sup>. Provavelmente, esses resultados estejam associados à baixa concentração de agentes de ligação cruzada EGDMA na resina L, inferior a 10% de acordo com seu fabricante (“material safety data sheet”). Os agentes de ligação cruzada formam um complexo de cadeias poliméricas longas e entrelaçadas, que diminuem o espaço da matriz intersticial e dificultam a penetração de água<sup>6,64</sup>. Assim, os valores elevados de sorção de água verificados para a resina L podem estar relacionados aos espaços intersticiais presentes após polimerização<sup>61</sup>. Em relação à resina NT, os altos valores de sorção de água devem estar associados à ausência de agentes de ligação cruzada e à presença de

8,0% do plastificante di-n-butil ftalato em sua composição<sup>7</sup>. Portanto, a formação de uma matriz polimérica menos densa, associada à ausência de ligações cruzadas, e mais flexível, devido ao agente plastificante<sup>6</sup>, deve ter contribuído para a elevada sorção de água do material NT. As resinas experimentais E1 e E2, bem como o material TR II, apresentaram valores intermediários de sorção de água, provavelmente, associados à alta concentração de agentes de ligação cruzada em sua composição. O material TR II, de acordo com seu fabricante, apresenta 39% de agentes de ligação cruzada (1,9-NDMA) na composição do seu monômero. Já as resinas experimentais, apresentam aproximadamente 97% de agentes de ligação cruzada na composição do monômero (EGDMA e 1,4-BDMA). De acordo com Meloto et al.<sup>46</sup>, a água absorvida pelas resinas acrílicas preenche os espaços das cadeias interpoliméricas que formam a estrutura molecular, sendo a quantidade de água absorvida dependente da magnitude da distância intermolecular, que é amplamente diminuída com a incorporação de agentes de ligação cruzada<sup>64</sup>. Por outro lado, o material K, que não possui agentes de ligação cruzada<sup>7</sup> e, apresenta mais do que o dobro de monômero residual em comparação ao material NT<sup>89</sup>, produziu os menores resultados de sorção de água. Uma possível explicação para esses resultados pode estar relacionada à baixa sorção de água inerente ao polímero formado pelo IBMA, presente no líquido desse material. Estudos adicionais, que avaliem a polaridade dos diferentes monômeros presentes nas resinas para reembasamento, são necessários para comprovar essa hipótese. Além disso, os maiores resultados de sorção de água dos materiais E1, E2 e TR II em relação à resina K podem, também, estar associados aos grupos metacrilatos

pendentes. Esses grupos funcionais pendentes, comuns nos dimetacrilatos, podem atuar como plastificantes<sup>67,68,87</sup> e, dessa forma, contribuem para a separação e diminuição da densidade intermolecular<sup>94</sup>, favorecendo a entrada de água no polímero. Por outro lado, em um estudo prévio<sup>74</sup>, a sorção de água do material K foi semelhante àquela das resinas L e NT. Provavelmente, essas diferenças estejam associadas à maneira como a sorção de água foi calculada. No estudo de Seo et al.<sup>74</sup>, a sorção de água foi calculada por meio da porcentagem de massa ganha após imersão em água por 7 dias, da mesma forma como realizado no estudo de Phoenix et al.<sup>59</sup>. Esses estudos seguiram as recomendações da ADA nº. 12<sup>3</sup>, em que além da densidade dos materiais não ser levada em consideração, o cálculo da sorção de água é realizado subtraindo-se da massa ganha após imersão em água, a massa condicionada inicial. Dessa forma, a sorção de água é calculada sem considerar a solubilidade que ocorre, simultaneamente, durante a imersão em água. Portanto, esses resultados devem ser interpretados com cautela.

As resinas E1, E2, K e L produziram solubilidade em água semelhante entre si e inferior àquela dos materiais NT e TR II. Levando em consideração que a liberação do plastificante da resina NT em saliva é pequena<sup>89</sup>, os elevados valores de solubilidade desse material devem estar associados à sua quantidade de monômero residual. Essa hipótese é ainda mais reforçada quando os resultados da resina NT são comparados ao material K. Embora esses materiais apresentem composição química semelhante, NT produziu solubilidade em água três vezes superior à resina K. Assim, como há relação direta entre a solubilidade dos polímeros e sua quantidade de monômero residual<sup>26,38</sup>, a elevada solubilidade

da resina NT deve estar, principalmente, associada ao seu alto conteúdo de monômero residual (519  $\mu\text{g/mL}$ ) em relação à resina K (207,2  $\mu\text{g/mL}$ )<sup>89</sup>. As resinas experimentais E1 e E2 exibiram resultados de solubilidade em água semelhantes aos da resina para base de prótese L. Provavelmente, esses resultados estejam associados à alta concentração de ligações cruzadas na matriz polimérica das resinas experimentais. Tem sido verificado que a solubilidade das resinas acrílicas pode ser diminuída com a adição de agentes de ligação cruzada<sup>6,8</sup>. De acordo com Arima et al.<sup>8</sup>, o aumento na densidade das cadeias poliméricas limita a mobilidade dos componentes residuais, diminuindo a solubilidade dos compostos não reagidos. Dessa forma, como a sorção e solubilidade em água estão associadas ao conteúdo de monômero residual, espera-se que as resinas E1 e E2 apresentem propriedades físicas e mecânicas estáveis. Além disso, as tensões internas resultantes do contínuo processo sorção/solubilização devem ser mínimas nessas resinas, contribuindo para que não ocorra a formação de trincas e, conseqüentemente, fratura do material<sup>8,83,101</sup>. Por outro lado, a resina TR II, mesmo possuindo alto conteúdo de agentes de ligação cruzada (39%), apresentou alta solubilidade em água. Esses resultados devem estar associados à alta quantidade (59%) do monômero monofuncional AAEM em sua composição. Provavelmente, esse monômero apresente alta polaridade e, conseqüentemente, maior facilidade de solubilidade em meio aquoso. Estudos adicionais são necessários para comprovar essa hipótese, além de verificar se existem agentes plastificantes ou outros aditivos na composição do material TR II, não informados pelo fabricante.

Apesar do método utilizado para avaliar a estabilidade dimensional não permitir a avaliação tridimensional da superfície dos materiais, essa técnica tem sido utilizada para a comparação direta da contração linear entre diferentes polímeros<sup>24,29,44,70</sup>. Todos os materiais produziram dimensões lineares inferiores àquelas da matriz metálica utilizada para a confecção dos corpos-de-prova. Durante a reação de polimerização, os radicais livres presentes no polímero interagem com as ligações insaturadas dos monômeros, por meio de uma reação em cadeia, resultando na aproximação intermolecular<sup>67</sup>. Dessa forma, a alteração dimensional observada se deve ao fato da contração que ocorre durante o processo de polimerização, denotada pelo sinal negativo dos valores expressos em porcentagem<sup>44,73,101</sup>. Resultados semelhantes são encontrados na literatura, em que corpos-de-prova simples<sup>24,29,44,62</sup> ou bases de prótese<sup>73,100,101</sup> exibiram dimensões inferiores às suas matrizes em função da contração de polimerização. Além disso, a quantidade de contração linear produzida pelos materiais variou entre 0,2 e 0,3%, estando próxima daquela observada em diversos estudos encontrados na literatura<sup>24,29,44,52,79,100</sup>.

Os resultados do presente estudo permitiram verificar que as resinas L e NT produziram os maiores valores de contração linear, seguidos pelo material K. Resultados semelhantes podem ser verificados no estudo de Gonçalves et al.<sup>29</sup>, em que as resinas L, NT e K exibiram valores de contração próximos aos deste estudo. Não houve diferença na estabilidade dimensional linear das demais resinas para reembasamento imediato. Conforme descrito anteriormente, a contração nos materiais poliméricos está diretamente relacionada

à sua reação de polimerização<sup>44,100</sup>. Dessa forma, o elevado grau de conversão da resina L (92,90%), bem como a liberação das tensões incorporadas durante seu processamento<sup>63,100</sup>, que inclui polimerização em temperaturas elevadas, seguido de resfriamento, devem estar associados à sua contração linear<sup>101</sup>. A maior contração de polimerização produzida por K e NT em relação às demais resinas para reembasamento era esperada, tendo em vista a ausência de dimetacrilatos na composição desses materiais, o que deve ter facilitado o deslocamento intermolecular<sup>6,8</sup>, após a remoção da matriz metálica. Além disso, o elevado grau de conversão do material NT (97,37%), bem como a presença do seu plastificante, que torna as cadeias moleculares mais flexíveis, devem ter contribuído para seus maiores valores de contração linear. Dessa forma, é possível que as tensões incorporadas, durante a prensagem e polimerização, tenham sido mais facilmente liberadas após a remoção desses materiais da matriz, resultando em alteração dimensional.

Com base nas informações discutidas anteriormente, a pequena contração linear produzida pelas resinas E1, E2 e TR II devem estar relacionadas com a elevada concentração de agentes de ligação cruzada nesses materiais. Esses resultados estão de acordo com um estudo prévio<sup>29</sup>, em que materiais com agentes de ligação cruzada produziram alta estabilidade dimensional linear. Um aspecto fundamental a ser evidenciado é que, apesar das diferenças observadas na porcentagem de contração dos materiais, todos os valores foram inferiores a 0,5%. De acordo com alguns autores<sup>100,101</sup>, esses valores são considerados mínimos, não relevantes clinicamente e não detectáveis pelos pacientes ou profissionais.

Além disso, com base nos resultados de Seo et al.<sup>73</sup>, verifica-se que há grande influência da resina de base sobre a alteração dimensional de bases de prótese. Esses autores<sup>73</sup> verificaram que bases de prótese intactas ou reembasadas apresentaram resultados semelhantes de alteração dimensional linear, independentemente do material reembasador utilizado. Portanto, com base nessas observações e na baixa contração inicial das resinas E1, E2 e TR II, espera-se que esses materiais apresentem estabilidade dimensional satisfatória quando unidos às resinas de base. Estudos adicionais são necessários para comprovar esta hipótese.

A análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) foi selecionada para avaliar as propriedades viscoelásticas dos materiais devido à sua alta sensibilidade aos processos de relaxação macroscópicos e moleculares da cadeia polimérica, em relação às técnicas convencionais de análise térmica<sup>37,49</sup>. De maneira geral, os resultados de DMTA demonstraram que as resinas experimentais e a resina TR II exibiram propriedades viscoelásticas mais próximas do “ideal” de um material reembasador rígido, apresentando alto valor de  $E'$  e baixo valor de  $\tan \delta$ <sup>50</sup>. Dessa forma, espera-se que esses materiais apresentem elevada resistência à deformação plástica quando submetidos às tensões mastigatórias. Além disso, devido ao seu baixo amortecimento mecânico, esses materiais devem se comportar de maneira mais elástica, retornando às suas dimensões iniciais após a remoção de tensões de deformação<sup>50</sup>.

No primeiro ciclo da DMTA a resina para base de prótese L produziu  $\text{Log } E'$  superior em relação às resinas para reembasamento imediato. Esses resultados estão de acordo com os estudos de Murata et al<sup>50</sup> e Lombardo<sup>43</sup>,

em que as propriedades viscoelásticas de duas resinas termicamente ativadas para base de prótese foram maiores do que às daquelas de diferentes resinas para reembasamento imediato. Da mesma forma, vários estudos têm demonstrado que resinas para reembasamento imediato apresentam propriedades físico-mecânicas inferiores às resinas para base de prótese<sup>28,56,72,83,84,89,95</sup>. Assim, os resultados obtidos devem estar relacionados às diferenças na conversão e composição química dos materiais avaliados.

Os resultados de  $\tan \delta$  a 37°C parecem lógicos, pois, abaixo da  $T_g$  os polímeros estavam em estado vítreo, onde a movimentação molecular é dificultada, principalmente na presença de agentes de ligação cruzada. Os agentes de ligação cruzada podem aumentar o  $E'$  e a  $T_g$  dos polímeros por meio da restrição do movimento da sua cadeia molecular<sup>87</sup>, diminuindo seu amortecimento mecânico<sup>47</sup>. Dessa forma, o alto amortecimento mecânico dos materiais K e NT, em relação às demais resinas que apresentam agentes de ligação cruzada em sua composição, era esperado. Esses resultados estão de acordo com outros estudos, onde o módulo flexural<sup>6,55</sup> e a dureza Vickers<sup>72</sup> foram superiores nos materiais com agentes de ligação cruzada. Além disso, os 8,0% do plastificante di-n-butilftalato, presentes no líquido do material NT<sup>7,8</sup>, também devem ter contribuído para sua maior flexibilidade.

Outro fator relevante é que as DMTA foram realizadas em mais de um ciclo de aquecimento em um mesmo corpo-de-prova<sup>43</sup>, abrangendo a temperatura da cavidade bucal e a temperatura de transição vítrea dos materiais, por meio de frequência próxima à mastigatória<sup>47,51</sup>. Tem sido verificado que essas

análises, realizadas em diferentes faixas de temperatura, possuem fundamental importância para a compreensão do comportamento viscoelástico dos polímeros<sup>37,43</sup>. De acordo com Jacobsen et al.<sup>37</sup>, a pós-polimerização induzida em ciclos adicionais de DMTA permite observar melhor as consequências da conversão incompleta dos materiais. Dessa forma, durante o último ciclo da DMTA, os materiais estavam, provavelmente, totalmente pós-polimerizados devido ao efeito térmico proporcionado pelos ciclos de aquecimento. A magnitude desse efeito sobre a pós-polimerização dos materiais será dependente da eficiência da conversão original dos polímeros<sup>93</sup>. Consequentemente,  $\tan \delta$  irá demonstrar irregularidades térmicas inerentes dessa conversão incompleta. Provavelmente, o aumento de  $E'$  e a redução de  $\tan \delta$ , observados no último ciclo, estão relacionados ao tratamento térmico induzido pela DMTA. Nessa situação, as resinas E1 e E2 produziram  $E'$  e  $\tan \delta$  semelhantes à resina de base L. Além disso, K passou a apresentar  $\tan \delta$  semelhante à TR II. Esses resultados podem estar parcialmente relacionados à pós-polimerização do monômero residual, presente nesses materiais. Essa hipótese é confirmada no estudo de Lombardo<sup>43</sup>, em que K apresentou maior rigidez e menor  $\tan \delta$  após a realização de um ou sete ciclos de irradiação em microondas, que resultam em aquecimento e, consequentemente, pós-polimerização. Além disso, de acordo com o estudo de Urban et al.<sup>88</sup>, o material K apresentou maior porcentagem de monômero residual (1,52 %) em relação a quatro reembasadores imediatos e à resina de base L (0,08 %). Os autores observaram, ainda, redução no conteúdo de monômero residual do material K, após aquecimento por imersão em água (0,44 %) ou irradiação por

microondas (0,84 %). Outros estudos têm demonstrado que a redução do monômero residual pode favorecer as propriedades mecânicas<sup>76,89</sup> e viscoelásticas de resinas acrílicas<sup>35</sup>. Temperaturas elevadas aumentam a mobilidade do monômero residual que estava imóvel na cadeia polimérica<sup>77</sup>, resultando, assim, em maior grau de conversão<sup>28</sup>.

A  $T_g$  dos materiais pôde ser ordenada da seguinte forma: L>TRII>K>E1=E2>NT. Tem sido verificado que o grau de conversão, a quantidade de monômero residual e a presença de agentes de ligação cruzada estão diretamente relacionadas à  $T_g$  dos materiais<sup>1,28,34,47,87</sup>. Levando em consideração que os polímeros com agentes de ligação cruzada são, normalmente, menos flexíveis e possuem maior  $T_g$  em relação àqueles convencionais<sup>1,55,87</sup>, os resultados do presente estudo não eram esperados. A resina K, mesmo não possuindo agentes de ligação cruzada em sua composição, apresentou maior  $T_g$  do que os materiais experimentais. Os baixos valores de  $T_g$  apresentados por E1 e E2 devem estar relacionados à sua elevada concentração de agentes de ligação cruzada, resultando em alta concentração de grupos metacrílicos pendentes, que atuam como plastificantes, diminuindo a  $T_g$  dos materiais<sup>34,87,94</sup>. Por outro lado, os elevados valores de  $T_g$  produzidos por TR II, além de estarem relacionados com os agentes de ligação cruzada presentes em seu monômero, devem estar associados à alta porcentagem de AAEM (59%) presente em sua composição. Viljanen et al.<sup>97</sup> verificaram que a adição desse monômero resultou em copolímeros com alto grau de conversão e  $T_g$  (entre 112 e 116°C). Dessa forma,

as diferenças encontradas parecem estar associadas às estruturas moleculares de cada polímero.

Segundo Chitchumnong et al.<sup>22</sup>, os polímeros utilizados na confecção de bases de prótese falham clinicamente devido à fadiga flexural e, portanto, ensaios de resistência flexural seriam os mais adequados para avaliar o comportamento mecânico dos polímeros. O ensaio mecânico de resistência à flexão em três pontos se destaca por representar as tensões complexas que uma prótese superior recebe durante a mastigação, gerando curvas tensão x deformação que representam o escoamento plástico e a deformação elástica dos materiais<sup>85,91</sup>. De forma geral, os estudos que avaliam a resistência à flexão de resinas acrílicas utilizam como base de cálculo a tensão obtida na resistência máxima do material à ruptura. Por outro lado, a deformação plástica, que ocorre além do limite de proporcionalidade, altera permanentemente as dimensões dos materiais, tornando-os inaceitáveis para a utilização clínica<sup>86</sup>. Desse modo, a estimativa de carga até o limite de proporcionalidade garante informação clínica relevante em relação à resistência à deformação permanente desses materiais<sup>85</sup>. No presente estudo, os testes de correlação, realizados entre a máxima resistência e àquela obtida no limite de proporcionalidade, possibilitaram verificar que a tensão máxima de ruptura foi aproximadamente 2 vezes superior que a resistência das amostras, intactas ou reembasadas, à deformação permanente. Dessa forma, com base nos altos coeficientes de correlação linear obtidos, a resistência à deformação permanente dos materiais intactos ou reembasados pode ser prevista com base no

resultados de resistência à flexão na tensão máxima de ruptura, conforme verificado em estudo anterior<sup>65</sup>.

Os maiores valores de resistência à flexão na tensão máxima de ruptura foram produzidos pela resina de base L. A resina TR II produziu resistência à flexão semelhante a E1 e superior aos demais reembasadores. As resinas experimentais E1 e E2 produziram resultados superiores aos produzidos pelos materiais K e NT. Resultados semelhantes foram obtidos para a resistência à flexão no limite de proporcionalidade, indicando que a resistência desses materiais à deformação plástica pode ser estimada pela sua resistência máxima<sup>65</sup>. Esses resultados estão de acordo com alguns estudos<sup>4,56,72,95</sup>, em que resinas para base de prótese produziram resistência à flexão superior a alguns materiais reembasadores. Provavelmente, esses resultados estejam associados ao baixo conteúdo de monômero residual nas resinas termicamente ativadas<sup>27,88,92,93</sup> e à presença do agente de ligação cruzada EGDMA neste material. Dessa forma, o alto grau de conversão da resina L, aliado à resistência intermolecular conferida pelos agentes de ligação cruzada<sup>6,8</sup> devem ter contribuído para a elevada resistência à flexão desse material. De forma semelhante, a alta concentração de ligações cruzadas presentes nos materiais experimentais e na resina TR II deve estar relacionada com seus resultados de resistência flexural. Embora os materiais K e NT tenham produzido valores elevados de grau de conversão (85,18 e 97,37%, respectivamente), a ausência de ligações cruzadas deve ter contribuído para a baixa resistência flexural apresentada por esses materiais. Além disso, os 8,0% de di-n-butilftalato presentes no material NT<sup>7,8</sup> devem estar associados à sua

baixa resistência flexural, afastando as cadeias intermoleculares e permitindo maior deformação sob a ação de força compressiva. Os resultados descritos anteriormente são corroborados por diversos estudos<sup>6,7,20,29,56,74,89,95</sup>, em que reembasadores imediatos compostos por monômeros monofuncionais produziram propriedades físicas e mecânicas inferiores a alguns materiais compostos por dimetacrilatos. Entre essas propriedades, pode-se citar resistência flexural<sup>6,56,95</sup>, dureza<sup>72,89</sup>, estabilidade dimensional<sup>29</sup> e sorção e solubilidade em água<sup>8,74,83</sup>. Além disso, tem sido verificado que a associação entre resinas de base e reembasadores compostos por dimetacrilatos tem resultado em bases de prótese<sup>71,74</sup> e corpos-de-prova<sup>65</sup> reembasados com resistência próxima ou até semelhante à resina de base intacta.

Apesar das propriedades mecânicas do material reembasador utilizado contribuírem para a resistência final de corpos-de-prova ou bases de prótese reembasados, esse aspecto, isoladamente, não assegura o sucesso do reembasamento<sup>4,65,74,83,85,86</sup>. Dessa forma, a utilização de corpos-de-prova mistos (resina de base/reembasador) foi também realizada no presente estudo para a avaliação da resistência mecânica dos materiais após reembasamento<sup>4,21,65,83</sup>. Os resultados produzidos pelas combinações resina de base/reembasador permitem observar que o reembasamento imediato reduziu a resistência à flexão da resina de base L, independentemente da tensão avaliada. Esses resultados estão de acordo com alguns estudos encontrados na literatura<sup>4,21,65,83,86</sup>, em que corpos-de-prova reembasados produziram valores de resistência flexural inferiores aqueles obtidos com as resinas de base intactas. As combinações L-E1, L-E2, L-K e L-TR II

exibiram valores de resistência à flexão, na tensão máxima e no limite de proporcionalidade, iguais entre si. A combinação L-NT produziu valores de resistência flexural semelhantes à L-K e inferiores às demais combinações resina de base/reembasador quimicamente ativado. Essas diferenças podem ser atribuídas às diferentes composições químicas dos materiais avaliados e à capacidade de união dos reembasadores à resina de base<sup>21,65,82,96</sup>. Além disso, a resistência final dos corpos-de-prova reembasados foi, provavelmente, influenciada pela resistência individual de ambos os materiais utilizados<sup>85</sup>. Takahashi et al.<sup>86</sup> observaram que o reembasamento com diferentes materiais pode diminuir a resistência à flexão final de resinas para base de prótese, principalmente quando a espessura de material reembasador é aumentada. Comparando os resultados dos materiais intactos e após reembasamento, pode-se observar que a resistência flexural obtida esteve diretamente relacionada à resistência individual dos reembasadores. Apesar disso, verifica-se que a resistência final dos corpos-de-prova reembasados foi também dependente da resistência da resina de base L. A influência da resina de base sobre a resistência dos corpos-de-prova reembasados pôde ser verificada pelos resultados do material K que, embora tenha apresentado baixa resistência quando intacto, produziu resultados semelhantes a L-E1, L-E2 e L-TR II, após união com a resina de base. Dessa forma, a resistência dos materiais isoladamente não assegura o sucesso do reembasamento<sup>4,83,96</sup> que depende, também, da união entre os materiais utilizados<sup>5,10,86</sup>.

A necessidade de aumentar a resistência adesiva dos materiais reembasadores imediatos levou os fabricantes de alguns materiais a fornecerem substâncias utilizadas como adesivos, que modificam a superfície da resina de base, previamente ao reembasamento<sup>9,11,30,45,48,65</sup>. Arima et al.<sup>9</sup> concluíram que essas substâncias são, em geral, solventes orgânicos, monômeros metacrílicos ou associações entre monômeros e polímeros. Além disso, esses autores verificaram que os agentes de união diferem entre si quanto à capacidade de dissolver a estrutura do polimetil metacrilato<sup>9</sup>. No presente estudo, de acordo com os respectivos fabricantes, o agente de união do material reembasador TR II é composto por diclorometano e o das resinas experimentais é composto por uma associação entre monômero (Bis-GMA) e solvente orgânico (acetona e clorofórmio). O material NT, por sua vez, possui adesivo à base de metil metacrilato<sup>9</sup>, o mesmo monômero da resina L utilizado durante o reembasamento com o material K<sup>42</sup>. A aplicação desses solventes pode dissolver a superfície da resina de base, possibilitando a penetração do material reembasador e resultando em uma camada mista entrelaçada de resina de base e reembasador<sup>9</sup>. Além disso, para facilitar a união entre esses polímeros, os fabricantes recomendam a asperização da superfície da base, tendo sido esse procedimento realizado no presente estudo, independentemente do material reembasador. A asperização superficial, com a utilização de lixas de granulação 240, possivelmente melhora a adesão por propiciar retenções micromecânicas que aumentam a superfície de união entre os materiais<sup>4,10,21,39,65,96</sup>.

Os baixos valores de resistência flexural obtidos após o reembasamento da resina L com a resina NT podem estar relacionados à presença de agente plastificante na resina NT (di-n-butilftalato), que confere maior flexibilidade em suas cadeias poliméricas<sup>7,8</sup>. Embora a resina K possua composição semelhante à resina NT, esse material não apresenta agentes plastificantes em sua composição<sup>7</sup>. Essa diferença de composição química, aliada ao tratamento da superfície da resina L com metil metacrilato por 180 s<sup>42</sup>, poderia explicar a resistência à flexão exibida após o reembasamento com a resina K que, mesmo não possuindo agente de união, exibiu resistência semelhante às combinações L-E1, L-E2 e L-TR II. Resultados semelhantes foram observados no estudo de Seó et al.<sup>74</sup>, em que bases de prótese reembasadas com o material K produziram resistência à fratura semelhante àquela das bases intactas ou reembasadas com reembasadores que apresentavam agentes de ligação cruzada. Além disso, esses autores verificaram que os menores resultados de resistência à fratura foram obtidos quando as bases de prótese confeccionadas com a resina L foram reembasadas com o material NT.

Os corpos-de-prova confeccionados por meio do reembasamento mediato (L-L) produziram os maiores valores de resistência à flexão na tensão máxima e no limite de proporcionalidade. Esses resultados estão de acordo com aqueles observados em um estudo prévio<sup>65</sup>, em que o reembasamento mediato resultou em maiores valores de resistência à flexão em relação a três diferentes combinações resina de base/reembasador. Os maiores valores de resistência à flexão dessas amostras poderiam ser explicados pelo ciclo adicional de

polimerização a que a resina de base, já polimerizada, foi submetida. Provavelmente, esse procedimento deve ter proporcionado maior grau de conversão de monômero residual em polímero<sup>31,35,93</sup>. Além disso, outro fator que deve ter contribuído para os resultados obtidos é a alta capacidade de união entre os materiais com composição química semelhante (polimetil metacrilato)<sup>5,80</sup>, principalmente após o tratamento superficial da resina de base<sup>91</sup>. Além disso, de acordo com alguns autores<sup>17,75</sup>, há maior penetração de monômero durante a inserção e prensagem das resinas termicamente ativadas em comparação à penetração de monômero das resinas quimicamente ativadas. Durante o reembasamento imediato, o contato do monômero com a resina de base ocorre em um intervalo de tempo muito curto, devido à rápida reação de polimerização dos materiais quimicamente ativados<sup>17</sup>. Desse modo, o menor conteúdo de monômero residual, a compatibilidade entre materiais com composição química idêntica, o tratamento de superfície e o tempo necessário para a inserção e prensagem da resina de base L podem ter contribuído para os resultados de resistência flexural das amostras L-L.

Comparando os resultados de resistência de união ao cisalhamento com os resultados de resistência à flexão dos materiais reembasados, pode-se verificar que houve uma relação direta entre essas propriedades. Assim, comprova-se que a resistência de um material reembasado é altamente dependente da união entre os materiais utilizados. Segundo Chai et al.<sup>21</sup>, a capacidade do material reembasador em resistir às forças e reforçar a base da prótese depende de sua propriedade adesiva. Entre os métodos utilizados para avaliar a resistência de

união, o ensaio mecânico de cisalhamento representa melhor os esforços a que os materiais são submetidos clinicamente em comparação aos ensaios de tração<sup>39,81,82</sup>. Apesar de ser criticado por não distribuir de maneira homogênea o estresse para a interface de união<sup>60</sup>, esse método tem sido amplamente utilizado para avaliar a resistência de união entre diferentes polímeros odontológicos<sup>11,30,48,81,82,96</sup>.

O reembasamento mediato L-L produziu os maiores valores de resistência de união. Esses resultados estão de acordo com outros estudos em que os maiores valores de resistência de união foram obtidos entre as resinas termicamente ativadas para base de prótese<sup>11,30,81</sup>. Vários fatores podem ter contribuído para os resultados encontrados, conforme descrito anteriormente para os resultados de resistência a flexão da combinação L-L. Já os resultados favoráveis das combinações L-E1, L-E2 e L-TR II podem ter sido influenciados pela habilidade dos agentes de união dos materiais reembasadores em dissolver e expandir a camada superficial da resina de base<sup>9</sup>, bem como à afinidade química entre os diferentes materiais utilizados. Os materiais experimentais possuem agentes de união baseados na associação entre monômeros e solventes orgânicos e, a resina TR II apresenta agente de união à base de solvente orgânico. Tem sido verificado que a utilização desse tipo de agente de união resulta em altos valores de resistência ao cisalhamento entre resinas de base e reembasadores<sup>11,30,48,81,82,96</sup> e entre resinas de base e dentes artificiais<sup>17,85</sup>. Dessa forma, as resinas experimentais e a resina TR II, provavelmente, apresentaram alta penetração na resina de base dissolvida, estabelecendo uma camada mista entrelaçada<sup>9</sup> com alta resistência ao

cisalhamento. Por outro lado, o tratamento de superfície realizado na resina L, previamente ao reembasamento com os materiais K e NT, foi realizado apenas com o monômero metil metacrilato. O fabricante do material NT fornece agente de união composto por metil metacrilato<sup>9</sup>, o mesmo monômero utilizado para tratar a superfície das amostras reembasadas com o material K<sup>11,30,42,65</sup>. Levando em consideração que o metil metacrilato possui baixa capacidade de dissolver a superfície das resinas de base<sup>9</sup>, os baixos valores de união das combinações L-K e L-NT devem estar associados à baixa retenção micromecânica obtida após o tratamento de superfície. Além disso, tendo em vista que as resinas K e NT possuem composição básica semelhante, seria razoável supor que a compatibilidade química entre esses materiais e a resina de base é inferior àquela das resinas E1, E2 e TR II, compostas por dimetacrilatos. Essa hipótese é reforçada pelos resultados de outros estudos<sup>11,16,81</sup>, em que o material K apresentou baixa união com a resina de base L, mesmo quando a resina de base foi condicionada com diclorometano<sup>81</sup>, o mesmo solvente do agente de união da resina TR II.

Embora as resinas experimentais tenham produzido, de maneira geral, propriedades próximas ou até similares à resina de base L, a relevância clínica desses resultados deve ser investigada em estudos futuros. Estudos adicionais que avaliem o comportamento dinâmico desses materiais frente a ensaios mecânicos de fadiga devem ser considerados. Além disso, o efeito da armazenagem prolongada em água, bem como o acompanhamento clínico de próteses reembasadas com esses materiais devem ser avaliados.

# Conclusão

---

## **7 Conclusão**

Com base nas condições experimentais deste estudo pôde-se concluir que:

1. De forma geral, os materiais experimentais apresentaram propriedades físico-químicas e mecânicas satisfatórias para a utilização como reembasadores rígidos imediatos;
2. todos os materiais reembasadores apresentaram reação exotérmica de polimerização aceitável para utilização clínica;
3. com exceção das resinas NT e TR II, as resinas para reembasamento imediato produziram grau de conversão inferior à resina para base de prótese L;
4. todos os materiais apresentaram sorção e solubilidade em água inferior ao limite máximo recomendado pela ISO 1567;
5. com exceção de NT, as resinas para reembasamento imediato apresentaram contração linear de polimerização inferior à resina para base de prótese L;
6. de forma geral, L, TR II, E1 e E2 produziram maior rigidez e menor viscoelasticidade em comparação às resinas K e NT;
7. os materiais reembasadores imediatos apresentaram  $T_g$  inferior à resina para base de prótese L;
8. as resinas E1, E2 e TR II produziram resistência à flexão superior às resinas K e NT e inferior à resina para base de prótese L;
9. o reembasamento mediato L-L produziu os maiores valores de resistência à flexão e resistência de união;
10. as resinas experimentais E1 e E2 produziram resistência de união superior aos materiais K e NT.

# Referência

---

## ***8 Referências\****

1. Alves NM, Ribelles JLG, Mano JF. Enthalpy relaxation studies in polymethyl methacrylate networks with different crosslinking degrees. *Polymer*. 2005; 46: 491-504.
2. American National Standard/American Dental Association Specification n°. 17 for Denture base temporary relining resins. Chicago: ADA; 1983. Reaffirmed 1999.
3. Revised American National Standard/American Dental Association Specification n°. 12 for Denture base polymer. Chicago: ADA; 1975.
4. Archadian N, Kawano F, Ohguri T, Ichikawa T, Matsumoto N. Flexural strength of rebased denture polymers. *J Oral Rehabil*. 2000; 27: 690-6.
5. Arena CA, Evans DB, Hilton TJ. A comparison of bond strengths among chairside hard reline materials. *J Prosthet Dent*. 1993; 70: 126-31.
6. Arima T, Murata H, Hamada T. Properties of highly cross-linked autopolymerizing reline acrylic resins. *J Prosthet Dent*. 1995; 73: 55-9.
7. Arima T, Murata H, Hamada T. Analysis of composition and structure of hard autopolymerizing reline resins. *J Oral Rehabil*. 1996; 23: 346-52.
8. Arima T, Murata H, Hamada T. The effects of cross-linking agents on the water sorption and solubility characteristics of denture base resin. *J Oral Rehabil*. 1996; 23: 476-80.

\*De acordo com o estilo Vancouver. Disponível em: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

9. Arima T, Nikawa H, Hamada T, Harsini. Composition and effect of denture base resin surface primers for relined acrylic resins. *J Prosthet Dent.* 1996; 75: 457-62.
10. Aydin AK, Terzioğlu H, Akinay AE, Ulubayram K, Hasirci N. Bond strength and failure analysis of lining materials to denture resin. *Dent Mater.* 1999; 15: 211-8.
11. Azevedo A, Machado AL, Giampaolo ET, Pavarina AC, Vergani CE. The effect of water immersion on the shear bond strength between chairside relined and denture base acrylic resins. *J Prosthodont.* 2007; 16: 255-62.
12. Azevedo A, Machado AL, Vergani CE, Giampaolo ET, Pavarina AC, Magnani R. Effect of disinfectants on the hardness and roughness of relined acrylic resins. *J Prosthodont.* 2006; 15: 235-42.
13. Bartoloni JA, Murchison DF, Wofford DT, Sarkar NK. Degree of conversion in denture base materials for varied polymerization techniques. *J Oral Rehabil.* 2000; 27: 488-93.
14. Braden M. The absorption of water by acrylic resins and other materials. *J Prosthet Dent.* 1964; 14: 307-16.
15. Brauer GM, White EE Jr, Burns CL, Woelfel JB. Denture liners direct, hard, self-curing resin. *J Am Dent Assoc.* 1959; 59: 270-83.
16. Bunch J, Johnson GH, Brudvik JS. Evaluation of hard direct relined resins. *J Prosthet Dent.* 1987; 57: 512-9.
17. Büyükyılmaz S, Ruyter IE. The effects of polymerization temperature on the acrylic resin denture base-tooth bond. *Int J Prosthodont.* 1997; 10: 49-54.

18. Campanha NH, Pavarina AC, Giampaolo ET, Machado AL, Carlos IZ, Vergani CE. Cytotoxicity of hard chairside reline resins: effect of microwave irradiation and water bath post-polymerization treatments. *Int J Prosthodont.* 2006; 19: 195-201.
19. Canevarolo SVJ. Análise térmica dinâmico-mecânica. In: Canevarolo SVJ, organizador. *Técnicas de caracterização de polímeros.* São Carlos: Artliber; 2004. Cap. 13, p. 263-84.
20. Caycik S, Jagger RG. The effect of cross-linking chain length on mechanical properties of a dough-molded poly(methylmethacrylate) resin. *Dent Mater.* 1992; 8: 153-7.
21. Chai J, Takahashi Y, Kawaguchi M. The flexural strengths of denture base acrylic resins after relining with a visible-light-activated material. *Int J Prosthodont.* 1998; 11: 121-4.
22. Chitchumnong P, Brooks SC, Stafford GD. Comparison of three- and four-point flexural strength testing of denture-base polymers. *Dent Mater.* 1989; 5: 2-5.
23. Clarke RL. Dynamic mechanical thermal analysis of dental polymers. I. Heat-cured poly(methyl methacrylate)-based materials. *Biomaterials.* 1989; 10: 494-8.
24. Cucci AL, Giampaolo ET, Leonardi P, Vergani CE. Unrestricted linear dimensional changes of two hard chairside reline resins and one heat-curing acrylic resin. *J Prosthet Dent.* 1996; 76: 414-7.

25. Cucci ALM, Vergani CE, Giampaolo ET, Afonso MC. Water sorption, solubility, and bond strength of two autopolymerizing acrylic resins and one heat-polymerizing acrylic resin. *J Prosthet Dent.* 1998; 80: 434-8.
26. Dogan A, Çevik NN, Usanmaz A. The effect of preparation conditions of acrylic denture base materials on the level of residual monomer, mechanical properties and water absorption. *J Dent.* 1995; 23: 313-8.
27. Douglas WH, Bates JF. The determination of residual monomer in polymethyl methacrylate denture-base resins. *J Mater Sci.* 1978; 13: 2600-4.
28. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res.* 1986; 20: 121-31.
29. Gonçalves AR, Machado AL, Giampaolo ET, Pavarina AC, Vergani CE. Linear dimensional changes of denture base and hard chair-side reline resins after disinfection. *J Appl Polymer Sci.* 2006; 102: 1821-6.
30. Gonçalves AR, Machado AL, Vergani CE, Giampaolo ET, Pavarina AC. Effect of disinfection on adhesion of reline polymers. *J Adhes.* 2007; 83: 139-50.
31. Harrison A, Huggett R. Effect of the curing cycle on residual monomer levels of acrylic resin denture base polymers. *J Dent.* 1992; 20: 370-4.
32. Haywood J, Basker RM, Watson CJ, Wood DJ. A comparison of three hard chairside denture reline materials. Part I. Clinical evaluation. *Eur J Prosthodont Restor Dent.* 2003; 11: 157-63.

33. Huggett R, Brooks SC, Bates JF. The effect of different curing cycles on the dimensional accuracy of acrylic resin denture base materials. *Quintessence Dent Technol.* 1984; 8: 81-5.
34. Huggett R, Brooks SC, Campbell AM, Satguranathan R, Bell GA. Evaluation of analytical techniques for measurement of denture-base acrylic resin glass-transition temperature. *Dent Mater.* 1990; 6: 17-9.
35. Inoue K. Effect of residual monomer on viscoelastic properties of pour denture base resins. *Dent Mater.* 1983; 2: 192-7.
36. International Organization for Standardization. Specification 1567: denture base polymers. 2<sup>nd</sup> ed. Switzerland: ISO, 1998.
37. Jacobsen PH, Darr AH. Static and dynamic moduli of composite restorative materials. *J Oral Rehabil.* 1997; 24: 265-73.
38. Jagger RG. Effect of the curing cycle on some properties of a polymethyl methacrylate denture base material. *J Oral Rehabil.* 1978; 5: 151-7.
39. Kawano F, Dootz ER, Koran A 3rd, Craig RG. Bond strength of six soft denture liners processed against polymerized and unpolymerized poly(methyl methacrylate). *Int J Prosthodont.* 1997; 10: 178-82.
40. Kim SH, Watts DC. Exotherm behavior of the polymer-based provisional crown and fixed partial denture materials. *Dent Mater.* 2004; 20: 383-7.
41. Lassila LV, Vallittu PK. Denture base polymer Allident Sinomer: mechanical properties, water sorption and release of residual compounds. *J Oral Rehabil.* 2001; 28: 607-13.

42. Leles CR, Machado AL, Vergani CE, Giampaolo ET, Pavarina AC. Bonding strength between a hard chairside reline resin and a denture base material as influenced by surface treatment. *J Oral Rehabil.* 2001; 28: 1153-7.
43. Lombardo CEL. Efeito da irradiação por microondas sobre as propriedades viscoelásticas de resinas para base de prótese e reembasamento. [Dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2009.
44. Machado AL, Vergani CE, Giampaolo ET, Pavarina AC. Effect of a heat-treatment on the linear dimensional change of a hard chairside reline resin. *J Prosthet Dent.* 2002; 88: 611-5.
45. Matsumura H, Tanoue N, Kawasaki K, Atsuta M. Clinical evaluation of a chemically cured hard denture relining material. *J Oral Rehabil.* 2001; 28: 640-4.
46. Meloto CB, Silva-Concílio LR, Machado C, Ribeiro MC, Joia FA, Rizzatti-Barbosa CM. Water sorption of heat-polymerized acrylic resins processed in mono and bimaxillary flasks. *Braz Dent J.* 2006; 17: 122-5.
47. Mesquita RV, Axmann D, Geis-Gerstorfer J. Influence of temperature on the visco-elastic properties of direct and indirect dental composite resins. *Dent Mater.* 2006; 22: 258-67.
48. Minami H, Suzuki S, Minesaki Y, Kurashige H, Tanaka T. In vitro evaluation on the influence of repairing condition of denture base resin on the bonding of autopolymerizing resins. *J Prosthet Dent.* 2004; 91: 164-70.

49. Muhtarogullari IY, Dogan A, Muhtarogullari M, Usanmaz A. Thermal and Dynamic mechanical properties of microwave and heat-cured poly(methyl methacrylate) used as dental base material. *J Appl Polymer Sci.* 1999; 74: 2971-8.
50. Murata H, Seó RS, Hamada T, Polyzois GL, Frangou MJ. Dynamic mechanical properties of hard, direct denture reline resins. *J Prosthet Dent.* 2007; 98: 319-26.
51. Murata H, Taguchi N, Hamada T, Kawamura M, McCabe JF. Dynamic viscoelasticity of soft liners and masticatory function. *J Dent Rest.* 2002; 81: 123-8.
52. Murphy WM, Huggett R, Handley RW, Brooks SC. Rigid cold curing resins for direct use in the oral cavity. *Br Dent J.* 1986; 160: 391-4.
53. Neppelenbroek KH, Pavarina AC, Gomes MN, Machado AL, Vergani CE. Bond strength of hard chairside reline resins to a rapid polymerizing denture base resin before and after thermal cycling. *J Appl Oral Sci.* 2006; 14: 436-42.
54. Novais PM, Giampaolo ET, Vergani CE, Machado AL, Pavarina AC, Jorge JH. The occurrence of porosity in reline acrylic resins. Effect of microwave disinfection. *Gerodontology.* 2009; 26: 65-71.
55. Oysaed H. Dynamic mechanical properties of multiphase acrylic systems. *J Biomed Mater Res.* 1990; 24: 1037-48.

56. Pavarina AC, Neppelenbroek KH, Guinesi AS, Vergani CE, Machado AL, Giampaolo ET. Effect of microwave disinfection on the flexural strength of hard chairside relined resins. *J Dent*. 2005; 33: 741-8.
57. Pereira SG, Osorio R, Toledano M, Cabrerizo-Vílchez MA, Nunes TG, Kalachandra S. Novel light-cured resins and composites with improved physicochemical properties. *Dent Mater*. 2007; 23: 1189-98.
58. Pfeiffer P, Rosenbauer EU. Residual methyl methacrylate monomer, water sorption, and water solubility of hypoallergenic denture base materials. *J Prosthet Dent*. 2004; 92: 72-8.
59. Phoenix RD, Manusetto MA, Ackerman NA, Jones RE. Evaluation of mechanical and thermal properties of commonly used denture base resins. *J Prosthodont*. 2004; 13: 17-27.
60. Placido E, Meira JB, Lima RG, Muench A, de Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater*. 2007; 23: 1086-92.
61. Polat TN, Karacaer O, Tezvergil A, Lassila LV, Vallittu PK. Water sorption, solubility and dimensional changes of denture base polymers reinforced with short glass fibers. *J Biomater Appl*. 2003; 17: 321-35.
62. Polyzois GL, Karkazis HC, Zissis AJ, Demetriou PP. Dimensional stability of dentures processed in boilable acrylic resins: a comparative study. *J Prosthet Dent*. 1987; 57: 639-47.

63. Pow EH, Chow TW, Clark RK. Linear dimensional change of heat-cured acrylic resin complete dentures after relined and rebase. *J Prosthet Dent.* 1998; 80: 238-45.
64. Rahal JS, Mesquita MF, Henriques GE, Nóbilo MA. Influence of chemical and mechanical polishing on water sorption and solubility of denture base acrylic resins. *Braz Dent J.* 2004; 15: 225-30.
65. Reis JM, Vergani CE, Pavarina AC, Giampaolo ET, Machado AL. Effect of relining, water storage and cyclic loading on the flexural strength of a denture base acrylic resin. *J Dent.* 2006; 34: 420-6.
66. Rueggeberg FA. Determination of resin cure using infrared analysis without an internal standard. *Dent Mater.* 1994; 10: 282-6.
67. Ruyter IE, Øysaed H. Conversion in denture base polymers. *J Biomed Mater Res.* 1982; 16: 741-54.
68. Ruyter IE, Svendsen SA. Flexural properties of denture base polymers. *J Prosthet Dent.* 1980; 43: 95-104.
69. Saito Y. Polymerization characteristics of EMA-based resin. *Dent Mater J.* 2004; 23: 14-8.
70. Salim S, Sadamori S, Hamada T. The dimensional accuracy of rectangular acrylic resin specimens cured by three denture base processing methods. *J Prosthet Dent.* 1992; 67: 879-81.
71. Seó RS, Murata H, Hong G, Vergani CE, Hamada T. Influence of thermal and mechanical stresses on the strength of intact and relined denture bases. *J Prosthet Dent.* 2006; 96: 59-67.

72. Seó RS, Vergani CE, Giampaolo ET, Pavarina AC, Machado AL. Effect of a post-polymerization treatments on the flexural strength and Vickers hardness of relined and acrylic denture base resins. *J Appl Oral Sci.* 2007; 15: 506-11
73. Seó RS, Vergani CE, Pavarina AC, Compagnoni MA, Machado AL. Influence of microwave disinfection on the dimensional stability of intact and relined acrylic resin denture bases. *J Prosthet Dent.* 2007; 98: 216-23.
74. Seó RS, Vergani CE, Giampaolo ET, Pavarina AC, Reis JMSN, Machado AL. Effect of disinfection by microwave irradiation on the strength of intact and relined denture bases and the water sorption and solubility of denture base and relined materials. *J Appl Polymer Sci.* 2008; 107: 300-8.
75. Shen C, Colaizzi FA, Birns B. Strength of denture repairs as influenced by surface treatment. *J Prosthet Dent.* 1984; 52: 844-8.
76. Shim JS, Watts DC. Residual monomer concentrations in denture base acrylic resin after an additional, soft-liner, heat-cure cycle. *Dent Mater.* 1999; 15: 296-300.
77. Sideridou I, Achilias DS, Kyrikou E. Thermal expansion characteristics of light-cured dental resins and resin composites. *Biomaterials.* 2004; 25: 3087-97.
78. Smith DC, Bains MED. The detection and estimation of residual monomer in polymethyl methacrylate. *J Dent Res.* 1956; 35: 16-24.
79. Stafford GD, Bates JF, Huggett R, Handley RW. A review of the properties of some denture polymers. *J Dent.* 1980; 8: 292-306.

80. Stipho HD, Talic YF. Repair of denture base resins with visible light-polymerized relined material: effect on tensile and shear bond strengths. *J Prosthet Dent.* 2001; 86: 143-8.
81. Takahashi Y, Chai J. Assessment of shear bond strength between three denture relined materials and a denture base acrylic resin. *Int J Prosthodont.* 2001; 14: 531-5.
82. Takahashi Y, Chai J. Shear bond strength of denture relined polymers to denture base polymers. *Int J Prosthodont.* 2001; 14: 271-5.
83. Takahashi Y, Chai J, Kawaguchi M. Effect of water sorption on the resistance to plastic deformation of a denture base material relined with four different denture relined materials. *Int J Prosthodont.* 1998; 11: 49-54.
84. Takahashi Y, Chai J, Kawaguchi M. Equilibrium strengths of denture polymers subjected to long-term water immersion. *Int J Prosthodont.* 1999; 12: 348-52.
85. Takahashi Y, Chai J, Kawaguchi M. Strength of relined denture base polymers subjected to long-term water immersion. *Int J Prosthodont.* 2000; 13: 205-8.
86. Takahashi Y, Kawaguchi M, Chai J. Flexural strength at the proportional limit of a denture base material relined with four different denture relined materials. *Int J Prosthodont.* 1997; 10: 508-12.
87. Tamareselvy KR, Rueggeberg F.A. Dynamic mechanical analysis of two crosslinked copolymer systems. *Dent Mater.* 1994; 10: 290-7.

88. Urban VM, Machado AL, Oliveira RV, Vergani CE, Pavarina AC, Cass QB. Residual monomer of reline acrylic resins. Effect of water-bath and microwave post-polymerization treatments. *Dent Mater.* 2007; 23: 363-8.
89. Urban VM, Machado AL, Vergani CE, Giampaolo ET, Pavarina AC, de Almeida FG, et al. Effect of water-bath post-polymerization on the mechanical properties, degree of conversion, and leaching of residual compounds of hard chairside reline resins. *Dent Mater.* 2009; 25: 662-71.
90. Üzüüm ÖB, Durukan HB, Kundakci S, Karadag E. Water uptake and dye sorption studies of chemically crosslinked highly swollen novel ternary acrylamide-based hydrogels including citraconic acid and sodium acrylate. *Polymer Adv Tech.* 2008; 19: 775-84.
91. Vallittu PK, Lassila VP, Lappalainen R. Wetting the repair surface with methyl methacrylate affects the transverse strength of repaired heat-polymerized resin. *J Prosthet Dent.* 1994; 72: 639-43.
92. Vallittu PK, Miettinen V, Alakuijala P. Residual monomer content and its release into water from denture base materials. *Dent Mater.* 1995; 11: 338-42.
93. Vallittu PK, Ruyter IE, Buykuilmaz S. Effect of polymerization temperature and time on the residual monomer content of denture base polymers. *Eur J Oral sci.* 1998; 106: 588-93.
94. Vallittu PK, Ruyter IE, Nat R. The swelling phenomenon of acrylic resin polymer teeth at the interface with denture base polymers. *J Prosthet Dent.* 1997; 78: 194-9.

95. Vergani CE, Seó RS, Pavarina AC, Reis JMSN. Flexural strength of autopolymerizing denture reline resins with microwave post-polymerization treatment. *J Prosthet Dent.* 2005; 93: 577-83.
96. Vergani CE, Seó RS, Reis JMSN, Giampaolo ET, Pavarina AC, Machado AL. Effect of water storage on the shear strength and fatigue limit of the reline resins Bond to denture base resins. *J Adhes Dent.* 2009 (In press).
97. Viljanen EK, Skrifvars M, Vallittu PK. Dendritic copolymers and particulate filler composites for dental applications: degree of conversion and thermal properties. *Dent Mater.* 2007; 23: 1420-7.
98. Wendl B, Droschl H, Kern W. A comparative study of polymerization lamps to determine the degree of cure of composites using infrared spectroscopy. *Eur J Orthod.* 2004; 26: 545-51.
99. Wetton RE, Marsh RDL, Van-de-Velde JG. Theory and application of dynamic mechanical thermal analysis. *Thermochimica Acta.* 1991;175:1-11.
100. Woelfel JB, Paffenbarger GC, Sweeney WT. Dimensional changes occurring in dentures during processing. *J Am Dent Assoc.* 1960; 61: 413-30.
101. Wong DM, Cheng LY, Chow TW, Clark RK. Effect of processing method on the dimensional accuracy and water sorption of acrylic resin dentures. *J Prosthet Dent.* 1999; 81: 300-4.
102. Wyatt CCL, Harrop TJ, MacEntee MI. A comparison of physical characteristics of six hard denture reline materials. *J Prosthet Dent.* 1986; 55: 343-6.

# Apêndice

---

## 9 Apêndice

Tabela A1 - Valores originais do pico de temperatura (°C), tempo (s) até o pico de temperatura e tempo (s) de polimerização até estabilização em 37°C

	Material				
	E1	E2	K	NT	TR II
Pico de temperatura	43,4	41,9	45,8	45,9	43,2
	44,2	43,2	45,4	45,5	45,3
	43,3	43,1	45,0	45,4	44,6
	43,7	42,7	46,7	45,7	46,5
Tempo até o pico	210	195	453	459	198
	207	177	459	465	189
	210	189	459	408	189
	207	186	453	423	180
Tempo até estabilização	555	504	720	669	405
	552	504	717	681	411
	549	519	714	687	402
	555	516	717	702	426

Tabela A2 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de pico de temperatura (°C) durante a reação de polimerização

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	P
Material	4	6,796	11,362	<0,001
Resíduo	15	0,598		

Tabela A3 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de tempo (s) até o pico de temperatura durante a reação de polimerização

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	<i>P</i>
Material	4	77500,575	425,593	<0,001
Resíduo	15	182,100		

Tabela A4 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de tempo (s) de polimerização até estabilização em 37°C

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	<i>P</i>
Material	4	63727,875	841,292	<0,001
Resíduo	15	75,750		

Tabela A5 - Valores originais de grau de conversão (%)

Material					
E1	E2	K	NT	TR II	L
84,52	87,73	85,99	96,97	91,39	93,22
85,94	87,90	84,89	97,14	92,65	97,32
81,18	89,41	83,87	97,63	90,22	91,31
83,88	85,72	84,81	97,29	91,39	93,01
82,37	89,91	86,37	97,81	92,48	89,63

Tabela A6 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de grau de conversão (%)

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	P
Material	5	132,984	48,488	<0,001
Resíduo	24	2,743		

Tabela A7 - Valores originais de sorção de água ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )

Material					
E1	E2	K	NT	TR II	L
15,80	17,54	14,02	19,11	15,88	23,92
16,99	16,43	15,72	20,61	17,52	25,53
17,62	18,66	13,37	22,00	18,14	21,31
16,58	16,03	12,73	22,20	17,03	22,74
17,67	19,62	12,29	21,60	14,75	22,47

Tabela A8 - Valores originais de solubilidade em água ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )

Material					
E1	E2	K	NT	TR II	L
0,98	1,23	1,32	2,40	2,17	0,63
0,60	1,10	0,89	2,61	3,28	0,68
0,78	1,38	0,69	2,81	3,22	1,04
0,69	0,85	0,83	3,20	3,42	0,77
0,69	1,55	0,76	3,03	2,31	0,65

Tabela A9 - Valores originais de alteração dimensional linear (%)

Material					
E1	E2	K	NT	TR II	L
-0,1942	-0,2008	-0,2662	-0,3448	-0,1790	-0,2815
-0,2161	-0,1942	-0,2772	-0,3033	-0,1724	-0,2859
-0,2366	-0,2388	-0,2257	-0,3002	-0,2301	-0,3265
-0,2388	-0,2345	-0,2607	-0,2827	-0,2235	-0,3221
-0,2051	-0,1899	-0,2335	-0,3426	-0,1833	-0,2750
-0,1899	-0,2051	-0,2357	-0,3077	-0,2095	-0,2924
-0,2301	-0,2432	-0,2213	-0,3418	-0,2366	-0,2914
-0,2279	-0,2454	-0,2279	-0,3090	-0,2301	-0,2783
-0,2095	-0,2051	-0,2575	-0,3295	-0,2139	-0,3012
-0,2008	-0,2139	-0,2662	-0,3143	-0,2008	-0,2815

Tabela A10 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de sorção de água ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	P
Material	5	58,558	32,911	<0,001
Resíduo	24	1,779		

Tabela A11 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de solubilidade em água ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	P
Material	5	5,166	48,948	<0,001
Resíduo	24	0,106		

Tabela A12 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de alteração dimensional linear (%)

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	P
Material	5	0,021	50,977	<0,001
Resíduo	54	0,000		

Tabela A13 - Valores originais de Log E' e tan  $\delta$  a 37°C obtidos no primeiro ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica

	Material					
	E1	E2	K	NT	TR II	L
Log E'	8,950	9,000	8,902	8,809	8,991	9,261
	9,037	8,899	8,798	8,864	8,998	9,245
tan $\delta$	0,142	0,111	0,242	0,253	0,129	0,066
	0,111	0,141	0,208	0,208	0,125	0,068

Tabela A14 - Valores originais de Log E' a 37°C, tan  $\delta$  a 37°C e Tg (°C) obtidos no último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica

	Material					
	E1	E2	K	NT	TR II	L
Log E'	9,200	9,188	9,186	8,879	9,053	9,295
	9,208	9,159	8,991	8,872	9,045	9,276
tan $\delta$	0,068	0,066	0,124	0,194	0,107	0,065
	0,065	0,069	0,124	0,173	0,108	0,066
Tg	77,1	76,3	90,6	72,2	97,2	127,6
	76,9	76,7	90,7	73,2	97,7	127,3

Tabela A15 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de Log E' a 37°C do primeiro ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	<i>P</i>
Material	5	0,045	17,073	0,002
Resíduo	6	0,003		

Tabela A16 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de tan  $\delta$  a 37°C do primeiro ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	<i>P</i>
Material	5	0,008	19,860	0,001
Resíduo	6	0,000		

Tabela A17 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de Log E' a 37°C obtidos no último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	<i>P</i>
Material	5	0,041	12,601	0,004
Resíduo	6	0,003		

Tabela A18 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de tan  $\delta$  a 37°C obtidos no último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	<i>P</i>
Material	5	0,004	119,423	<0,0001
Resíduo	6	0,000		

Tabela A19 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de  $T_g$  obtidos no último ciclo da análise térmica dinâmico-mecânica

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	<i>P</i>
Material	5	843,520	6285,544	<0,0001
Resíduo	6	0,134		

Tabela A20 - Valores originais de resistência à flexão dos materiais intactos, na tensão máxima (MPa) de ruptura

Material					
E1	E2	K	NT	TR II	L
30,08	29,13	15,72	8,33	34,59	66,69
32,09	26,43	13,64	9,10	35,97	66,34
33,09	30,36	19,79	10,21	35,95	69,79
31,22	32,47	20,88	10,97	33,99	70,00
31,09	27,60	20,59	7,71	32,29	59,22
33,64	32,18	21,02	9,78	35,55	64,13
33,01	28,82	16,13	11,19	36,20	62,56
31,39	35,18	18,13	9,77	37,27	61,29
34,05	34,30	22,06	10,58	38,06	60,83
34,71	33,13	22,91	11,70	32,56	69,31

Tabela A21 - Valores originais de resistência à flexão dos materiais intactos no limite de proporcionalidade (MPa)

Material					
E1	E2	K	NT	TR II	L
21,43	13,28	6,37	3,80	13,85	27,89
16,18	19,15	5,36	4,04	14,58	29,43
17,80	14,23	9,20	3,03	14,54	33,55
15,46	15,48	12,25	3,92	15,46	32,34
15,60	20,14	8,28	3,81	16,72	27,83
16,67	16,29	8,42	4,52	13,96	31,46
17,99	14,97	6,58	3,47	15,14	27,86
15,92	17,92	7,29	4,23	14,81	23,40
16,72	19,25	11,26	3,84	18,75	24,88
21,45	20,19	9,42	4,64	14,67	33,01

Tabela A22 - Valores originais de resistência à flexão dos materiais reembasados na tensão máxima (MPa) de ruptura

Material					
L-E1	L-E2	L-K	L-NT	L-TR II	L-L
55,88	50,68	51,61	43,02	53,63	91,91
49,88	49,00	53,13	43,16	52,19	77,59
56,96	51,50	54,36	46,27	47,69	88,15
53,80	54,85	44,96	43,32	48,63	86,23
52,62	56,36	45,68	43,47	57,75	88,34
55,74	55,65	40,13	44,90	59,15	79,32
49,03	42,48	42,85	40,27	42,13	81,86
46,63	47,29	46,40	41,13	46,90	88,63
44,24	47,04	40,04	37,18	59,80	77,48
43,06	49,04	37,00	40,80	50,12	83,18

Tabela A23 - Valores originais de resistência à flexão dos materiais reembasados no limite de proporcionalidade (MPa)

Material					
L-E1	L-E2	L-K	L-NT	L-TR II	L-L
26,22	20,95	21,17	16,14	24,18	32,84
25,43	23,75	20,66	19,35	23,28	39,00
19,53	22,89	20,17	19,46	19,41	30,83
24,39	18,87	19,93	23,41	20,21	37,88
26,03	21,13	24,62	16,05	26,47	27,38
24,62	26,06	17,58	14,73	27,10	39,69
23,83	22,51	18,25	16,47	24,46	36,79
25,76	17,40	20,90	13,75	18,20	39,98
20,19	21,70	25,85	17,33	23,09	29,64
20,91	25,14	18,48	19,79	22,86	36,98

Tabela A24 - Resumo da análise de variância relativa à resistência à flexão (MPa) dos materiais intactos, na tensão máxima de ruptura

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	P
Material	5	3510,847	511,882	<0,001
Resíduo	54	6859		

Tabela A25 - Resumo da análise de variância relativa à resistência à flexão (MPa) dos materiais intactos, no limite de proporcionalidade

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	P
Material	5	753,301	148,501	<0,001
Resíduo	54	5073		

Tabela A26 - Resumo da análise de variância relativa à resistência à flexão (MPa) dos materiais reembasados, na tensão máxima de ruptura

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	P
Material	6	2084,014	90,469	<0,001
Resíduo	63	23,036		

Tabela A27 - Resumo da análise de variância relativa à resistência à flexão (MPa) dos materiais reembasados, no limite de proporcionalidade

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	P
Material	6	340,422	34,146	<0,001
Resíduo	63	9,970		

Tabela A28 - Valores originais de resistência de união (MPa)

Material					
L-E1	L-E2	L-K	L-NT	L-TR II	L-L
6,59	10,71	3,35	5,47	8,94	19,85
9,92	7,23	4,78	4,37	9,08	20,22
9,90	9,97	7,05	3,59	6,18	24,33
10,25	7,56	6,29	4,48	7,37	17,46
9,93	8,87	5,37	3,59	8,84	23,64
7,30	8,21	5,49	5,66	5,61	18,88
9,80	8,76	3,99	6,24	12,52	17,61
10,10	9,69	4,76	4,75	5,35	18,01
10,40	10,03	6,66	3,98	9,95	19,86
8,87	7,76	6,31	4,22	9,24	19,22

Tabela A29 - Resumo da análise de variância relativa aos resultados de resistência de união (MPa) por cisalhamento

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	P
Material	5	301,112	114,087	<0,001
Resíduo	54	2,639		

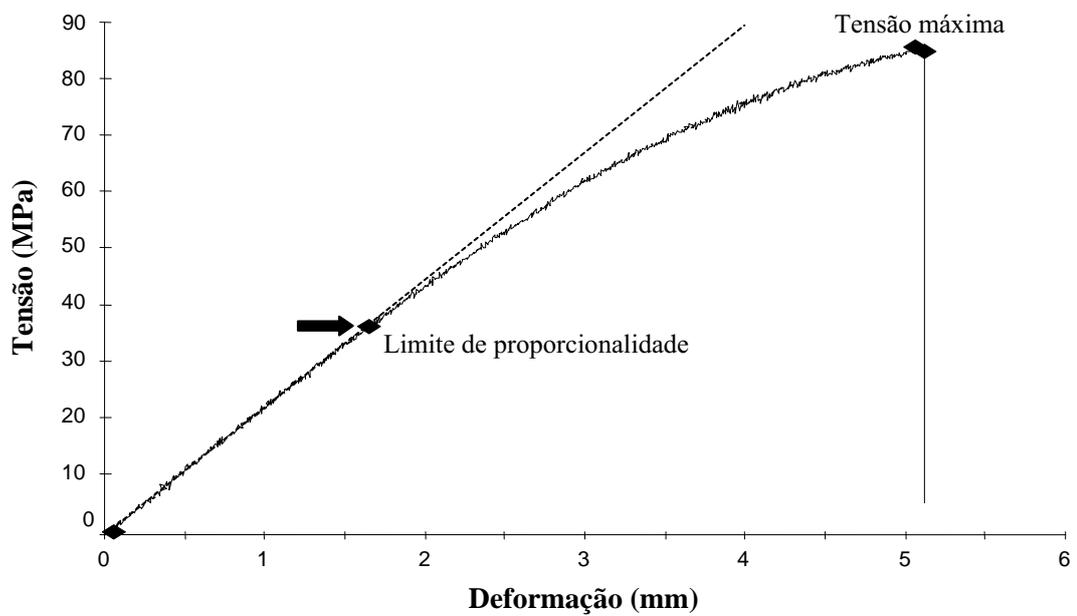


FIGURA A1 - Gráfico tensão x deformação exemplificando o comportamento de um corpo-de-prova L-L durante o ensaio mecânico de resistência à flexão.

**Autorizo a reprodução deste trabalho.**

**(Direitos de publicação reservado ao autor)**

**Araraquara, 03 de julho de 2009.**

**JOSÉ MAURÍCIO DOS SANTOS NUNES REIS**