

**ANDRÉ GUSTAVO PALEARI**

**INCORPORAÇÃO DE UM METACRILATO COM AÇÃO  
ANTIMICROBIANA EM UMA RESINA ACRÍLICA PARA  
BASE PROTÉTICA: CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E EFEITO  
SOBRE RESISTÊNCIA FLEXURAL E TEMPERATURA DE  
TRANSIÇÃO VÍTREA**

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

Orientador: Prof. Dr. Marco Antonio Compagnoni

**Araraquara**

**2009**

Paleari, André Gustavo.

Incorporação de um metacrilato com ação antimicrobiana em uma resina acrílica para base protética: caracterização química e efeito sobre resistência flexural e temperatura de transição vítrea / André Gustavo Paleari. – Araraquara: [s.n.], 2009.

102 f. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientador : Prof. Dr. Marco Antonio Compagnoni

1. Resinas acrílicas 2. Prótese total 3. Propriedades químicas.  
I. Título

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Ceres Maria Carvalho Galvão de Freitas, CRB-8/4612

Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de Araraquara / UNESP

**ANDRÉ GUSTAVO PALEARI**

**INCORPORAÇÃO DE UM METACRILATO COM AÇÃO  
ANTIMICROBIANA EM UMA RESINA ACRÍLICA PARA BASE  
PROTÉTICA: CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E EFEITO SOBRE  
RESISTÊNCIA FLEXURAL E TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA**

**COMISSÃO JULGADORA**

**DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE**

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Marco Antonio Compagnoni  
Professor Titular do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese,  
Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP.

2º Examinador: Profª. Drª. Helena de Freitas Oliveira Paranhos  
Professora Associada do Departamento de Materiais Dentários e Prótese,  
Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, USP.

3º Examinador: Profª. Drª. Ana Carolina Pero  
Professora Substituta do Departamento de Materiais Odontológicos e  
Prótese, Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP.

Araraquara, 13 de março de 2009.

## **DADOS CURRICULARES**

### **ANDRÉ GUSTAVO PALEARI**

<b>NASCIMENTO</b>	01/05/1984 – Bariri/SP
<b>FILIAÇÃO</b>	Valmir Aparecido Paleari Aparecida de Fátima Oliveira Paleari
<b>2003-2006</b>	Graduação em Odontologia pela Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP
<b>2007-2009</b>	Pós-Graduação em Reabilitação Oral (Prótese), nível de Mestrado, Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP

## **DEDICATÓRIA**

**A Deus,**

*Que me ama incondicionalmente, me dá forças,  
coragem, Discernimento e Sabedoria para superar  
dificuldades e vencer uma nova etapa a cada dia.*

**Aos meus pais Valmir e Aparecida,**

*Que não mediram esforços para eu alcançar meus  
objetivos e sempre me apoiaram e incentivaram em  
todos os momentos da minha vida.*

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

***Ao Prof. Dr. Marco Antonio Compagnoni,***

*Por acreditar e confiar a mim a realização deste projeto, pela sabedoria ao ensinar, pela paciência ao ouvir e pela presença constante ao longo da realização desta pesquisa.*

***À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Carolina Pero e à amiga Juliê Marra,***

*Muito obrigado pelo acolhimento, pela amizade, pelos conselhos, dicas, e por tudo o que me ensinaram ao longo do tempo em que trabalhamos juntos.*

*Sinto-me orgulhoso e privilegiado por conviver com vocês.*

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

***À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Helena de Freitas Oliveira  
Paranhos e à Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Ana Carolina  
Pero,***

*Pela disponibilidade e gentileza em aceitarem participar  
da comissão julgadora dessa dissertação.*

## **AGRADECIMENTOS**

***A meus avós Francisco e Mafalda, às tias Lourdes e Cleusa e a minha irmã Taísa,***

*Pelo apoio, incentivo e por tudo o que vocês representam para mim.*

***A minha namorada Cristina,***

*Pelo amor, paciência e compreensão dispensados durante a realização deste trabalho.*



## **AGRADECIMENTOS**

***Ao Prof. Dr. Adhemar Ruvolo-Filho, do  
Departamento de Química da  
Universidade Federal de São Carlos,***

*Pela disponibilidade em nos auxiliar no  
desenvolvimento da parte experimental deste trabalho.*

***Aos amigos da Pós-Graduação: Ana  
Lúcia, Camila, Ana Paula, Flávia Zardo,  
Flávia Medeiros, Carolina, Tatiane,  
Fernanda, Carlos, Rodrigo, Antonio,  
Fabiane, Angela, Cristiane e Patrícia,***

*Obrigado pela convivência e pela amizade.*

# **AGRADECIMENTOS**

***A todos os Professores do Departamento  
de Materiais Odontológicos e Prótese da  
Faculdade de Odontologia de  
Araraquara,***

*Muito obrigado pelo acolhimento, pela convivência e  
aprendizado durante este período.*

***A todos os funcionários do  
Departamento de Materiais  
Odontológicos e Prótese da Faculdade  
de Odontologia de Araraquara,***

*Pela paciência, atenção e respeito.*

## **AGRADECIMENTOS**

***Aos funcionários da Seção de Pós-Graduação: Mara, Alexandre, Flávia e Rosângela***

*Pela gentileza, atenção e por todos os serviços prestados.*

***Aos funcionários da Biblioteca: Maria Helena, Ceres, Inês, Adriano, Silvia, Eliane e Odete:***

*Pelo constante auxílio e colaboração.*

***Às estagiárias Ana Lígia e Larissa,***

*Por auxiliarem no desenvolvimento da parte experimental deste trabalho.*

# **AGRADECIMENTOS**

**Aos estagiários Norberto, Gabriela e  
Carla,**

*Pela colaboração com o nosso Grupo de Pesquisa.*

**Ao amigo André Luis dos Santos,**

*Pelo companheirismo e apoio durante esta etapa.*

**À Fapesp,**

*Pela concessão de Bolsa de Mestrado*

*(Processo 07-2008-08).*

# SUMÁRIO

<b>Resumo.....</b>	<b>14</b>
<b>Abstract .....</b>	<b>16</b>
<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>18</b>
<b>REVISÃO DE LITERATURA .....</b>	<b>25</b>
<b>PROPOSIÇÃO.....</b>	<b>51</b>
<b>MATERIAL E MÉTODO .....</b>	<b>53</b>
<b>RESULTADO .....</b>	<b>74</b>
<b>DISCUSSÃO .....</b>	<b>85</b>
<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>94</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>96</b>

***RESUMO***

---

Paleari AG. Incorporação de um metacrilato com ação antimicrobiana em uma resina acrílica para base protética: caracterização química e efeito sobre resistência flexural e temperatura de transição vítrea [dissertação mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2009.

## RESUMO

Muitas tentativas de incorporar agentes antimicrobianos a resinas acrílicas para base protética têm sido realizadas visando prevenir inflamações nos tecidos orais de usuários de próteses. Entretanto, essas substâncias podem ser liberadas da resina acrílica e afetar suas propriedades mecânicas. O metacrilato 2-ter-butilaminoetilo (TBAEMA) é uma substância policatiônica que pode apresentar atividade antimicrobiana a partir de grupos amina presentes em sua composição. **Objetivos:** 1) investigar uma possível união química entre o TBAEMA e a matriz de uma resina acrílica e avaliar a presença de grupos amina na superfície dos espécimes; 2) verificar os efeitos causados pela incorporação de TBAEMA sobre a resistência flexural e a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) da resina acrílica. **Material e Método:** Foram confeccionados espécimes a partir de uma resina acrílica termopolimerizável (Lucitone 550) contendo diferentes concentrações de TBAEMA (0%, 0,5%, 1%, 1,50%, 1,75% e 2%) e posteriormente foram submetidos a avaliações em Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Espalhamento Superficial de Elétrons com Análise Química (ESCA) e Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC). A avaliação de resistência à flexão foi realizada de acordo com as normas ISO/FDIS 1567. **Resultados:** Através de FTIR, observou-se bandas de absorção na região 1300-1320  $\text{cm}^{-1}$  do espectro dos grupos de resina acrílica modificada. Diferentes índices de Nitrogênio foram observados na superfície dos espécimes através de análises em ESCA. A  $T_g$  diminuiu de acordo com a incorporação de TBAEMA. A resistência à flexão foi avaliada por meio de análise de variância a um fator (ANOVA) seguida pelo teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). Observou-se que a resistência à flexão diminuiu significativamente após a adição de TBAEMA em concentrações de 1%, 1,5%, 1,75% e 2% ( $p < 0,05$ ). **Conclusão:** Pode ser concluído que: 1) Houve evidências de copolimerização entre a resina acrílica e o TBAEMA e a presença de nitrogênio indica que grupos amina foram encontrados na superfície dos espécimes; 2) A resistência flexural e a temperatura de transição vítrea foram afetadas após a incorporação do TBAEMA; 3) A concentração de 1,75% é a máxima permitida para futuros estudos e possível aplicabilidade clínica para a resina acrílica estudada.

**Palavras-chave:** Resinas acrílicas; prótese total; propriedades químicas.

***ABSTRACT***

---



Paleari AG. Incorporation of a methacrylate with antimicrobial activity into a denture base resin: chemical characterization and effect on flexural strength and glass transition temperature. [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2009.

## ABSTRACT

Several attempts to incorporate antimicrobials agents into denture base resins have been reported in order to prevent inflammation of oral tissues in denture wearers. However, these substances may be released from acrylic resins and affect their mechanical properties. The 2-tert-butylaminoethyl methacrylate (TBAEMA) is a polycationic substance that may displays antimicrobial activity from pendant amino groups. **Objectives:** 1) to investigate the possible chemical bound of TBAEMA to the matrix of acrylic resin and to analyze the presence of amino groups on the specimen surface; 2) to evaluate the effect of the incorporation of TBAEMA on flexural strength and glass transition temperature (T<sub>g</sub>) of an acrylic resin. **Material and Methods:** Specimens were prepared from a heat-polymerized acrylic resin (Lucitone 550) mixed to different concentrations of TBAEMA (0%, 0.5%, 1%, 1.50%, 1.75% and 2%) and were submitted to Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy, Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA) and Differential Scanning Calorimetry (DSC) analyses. Flexural strength tests were performed according to ISO/FDIS 1567 specifications. **Results:** FTIR analysis showed absorbance bands at 1300-1320 cm<sup>-1</sup> in the spectrum of TBAEMA-modified acrylic resin groups. Different nitrogen ratios were observed on specimens surfaces by ESCA measurements. The T<sub>g</sub> decreased with incorporation of TBAEMA. Flexural strength data were analyzed by one-way ANOVA followed by Tukey's test ( $\alpha = .05$ ). The flexural strength decreased with the addition of 1%, 1.5%, 1.75% e 2% of TBAEMA ( $p < 0.05$ ). **Conclusion:** Within the limitations of this study, it may be concluded that: 1) There was an evidence of copolymerization between acrylic resin and TBAEMA and the presence of nitrogen indicate that amine groups were found on the specimens surfaces; 2) Flexural strength and glass transition temperature were affected after incorporation of TBAEMA into acrylic resin and 3) The 1.75 concentration is the maximum allowed to future studies and possible clinical application for the acrylic resin studied.

Keywords: Acrylic resins; denture; chemical properties.

# ***INTRODUÇÃO***

---

## INTRODUÇÃO

Atualmente, a implantação de medidas preventivas em saúde geral vem ocasionando um aumento na expectativa e melhoria da qualidade de vida da população global<sup>36</sup>. Isso tem ocasionado um acréscimo significativo no número de idosos na população mundial, o que reflete em uma preocupação da saúde bucal dos idosos por parte dos órgãos governamentais.

Em um estudo epidemiológico realizado em instituições de amparo a idosos no município de Araçatuba, Saliba et al.<sup>51</sup>, em 1999, já observaram que 69% dos pacientes eram desdentados totais, sendo que 48% eram usuários de próteses totais e 52% não usavam próteses. Peltola et al.<sup>44</sup>, em 2004, realizaram um estudo epidemiológico no hospital de Helsinki, Finlândia, visando analisar a condição bucal e a necessidade de tratamento de pacientes idosos hospitalizados e observaram que 42% dos pacientes eram edêntulos e 41% usavam próteses totais ou parciais removíveis. Embora tenham sido realizados em épocas diferentes, estes estudos demonstraram claramente que problemas inerentes ao edentulismo persistem independentemente do local e da evolução de cuidados com a saúde bucal.

Considerando que a grande maioria dos pacientes edêntulos é idosa, torna-se importante o conhecimento de diversas doenças sistêmicas comuns nesta população e suas possíveis repercussões na cavidade bucal<sup>23,29</sup>. Ainda, a menor taxa de renovação celular e a

circulação sanguínea alterada são fatores que tornam a mucosa bucal desses pacientes susceptível a inflamações e traumas com o uso de próteses totais mal adaptadas<sup>29</sup>. Isso faz com que o tratamento odontológico protético nos idosos necessite de um diagnóstico preciso dos problemas locais e sistêmicos que os acometem.

Tem sido estimado que em 2020, cerca de 37,9 milhões de adultos necessitarão de próteses totais nos Estados Unidos<sup>20</sup>. Essas próteses são consideradas um ambiente propício para proliferação e sobrevivência de microrganismos orais e formação de biofilme, resultante da aderência de células microbianas nas rugosidades superficiais da resina acrílica com conseqüente interação entre espécies de *Candida* e bactérias orais<sup>15,31,35,50</sup>.

Quando presente na prótese, a colonização microbiana pode induzir a uma resposta inflamatória crônica na mucosa oral denominada estomatite protética<sup>3,41,61</sup>. Essa condição é diagnosticada em 11 a 67 % dos usuários de próteses totais<sup>3</sup>, podendo estar associada a fatores locais tais como pobre higiene oral, uso contínuo das próteses e a fatores sistêmicos como diabetes, AIDS, neoplasias e uso de antibióticos<sup>3,41,47,61</sup>.

Diversos métodos de limpeza e desinfecção têm sido utilizados visando prevenir, reduzir ou eliminar a colonização microbiana nas próteses. A escovação associada a algum tipo de detergente, sabão ou dentífrico é o método mecânico mais utilizado pelos usuários de próteses, no entanto, esse método é considerado pouco eficiente na

remoção de microrganismos<sup>13</sup>. A desinfecção das próteses pela imersão em soluções químicas como a clorexidina<sup>4,5,8</sup>, hipoclorito de sódio<sup>8,22</sup>, glutaraldeído<sup>4,5,22,49,55</sup> e álcool<sup>4,5</sup> também é uma alternativa comumente utilizada, mas algumas soluções podem afetar adversamente as propriedades físicas ou mecânicas das resinas acrílicas para base protética<sup>5,55</sup>.

A irradiação através de energia por micro-ondas é um método simples e eficaz para a desinfecção de próteses totais<sup>57</sup>, sendo recomendado como um método coadjuvante no tratamento de estomatite protética<sup>6</sup>. Entretanto, embora as propriedades mecânicas das resinas para base protética geralmente não sejam adversamente afetadas pela desinfecção através de energia por micro-ondas<sup>17,43,49</sup>, o efeito deste tipo de desinfecção sobre a estabilidade dimensional de resinas acrílicas tem produzido resultados conflitantes<sup>10,42,58</sup>.

Na tentativa de evitar a proliferação de microrganismos na superfície das próteses, diversos autores recomendam a incorporação de antifúngicos como a nistatina<sup>14,18,19,21</sup>, miconazol<sup>9,30</sup> ou antissépticos como o triclosan<sup>31</sup> a materiais reembasadores temporários ou à resina acrílica para base de prótese. Entretanto, estes estudos demonstraram que os antifúngicos e os antissépticos são rapidamente liberados dos materiais reembasadores temporários e o triclosan perde suas propriedades antissépticas após a polimerização da resina acrílica. Além disso, outros agentes antimicrobianos tais como a clorexidina<sup>2</sup>, partículas de prata e

zinco<sup>12,33,37</sup> e dióxido de titânio (TiO<sub>2</sub>)<sup>56</sup> também têm sido adicionados às resinas acrílicas numa tentativa de impedir o crescimento de microrganismos orais prejudiciais à saúde. Tais agentes promovem efeito antimicrobiano à resina acrílica, mas como são liberados com o passar do tempo, a mesma pode deixar de apresentar propriedades antibacterianas. Ainda, estes agentes podem afetar negativamente as propriedades físicas e mecânicas da resina acrílica, dependendo da concentração em que são utilizados<sup>2,12,16</sup>.

Segundo Imazato et al.<sup>27</sup>, quando um agente antibacteriano é incorporado a um material e é liberado com o passar do tempo, o mesmo pode exercer efeito tóxico, induzir a formação de microrganismos resistentes, perder a efetividade e promover deterioração nas propriedades mecânicas do material em que ele foi incorporado. Uma alternativa para solucionar esse problema seria incorporar a materiais odontológicos, neste caso à resina acrílica, um agente antimicrobiano que não fosse liberado. Isso seria possível se após a polimerização o agente antimicrobiano estivesse quimicamente unido à matriz da resina<sup>27</sup>.

O poli (2-ter-butilaminoetilo) metacrilato, substância policatiônica com grupo amina livre, apresenta uma atuação muito eficiente como biocida<sup>38</sup>. Lenoir et al.<sup>32</sup> sugerem que esta atividade seja proveniente de grupos amina (C-N) que permanecem ligados à cadeia principal do metacrilato. Dessa forma, quando houver contato entre a estrutura celular de um microrganismo e uma superfície contendo grupos

amina livres, ocorre uma desorganização da membrana celular seguida da morte do microrganismo<sup>38,39,54</sup>. A incorporação do poli (2-ter-butilaminoetilo) metacrilato ao polietileno foi realizada com sucesso na tentativa de se obter um produto com ação antimicrobiana<sup>25,32,54,59</sup>, o que seria muito útil e possivelmente aplicado no tratamento de água, no processamento de comida e em dispositivos médicos<sup>54</sup>. Neste caso, o simples contato de células bacterianas na superfície do polietileno foi suficiente para haver efeito biocida<sup>32,54,59</sup>.

Diante de tais considerações, busca-se uma alternativa para impedir ou reduzir o crescimento de microrganismos na superfície de próteses totais ou parciais removíveis através da incorporação do metacrilato 2-ter-butilaminoetilo (TBAEMA) a uma resina acrílica para base protética. Acredita-se que após a incorporação deste monômero, que é uma substância policatiônica contendo grupos amina, ocorra uma reação de copolimerização, o que indicaria uma união química do componente antimicrobiano (C-N) à matriz da resina. Neste caso, a presença de grupos amina na superfície da resina acrílica poderia indicar uma possível atividade antimicrobiana prolongada da base protética.

Ao mesmo tempo em que se deseja obter uma base protética de resina acrílica com efeito antimicrobiano, surge a necessidade de investigar qual o efeito da incorporação do TBAEMA sobre as propriedades da resina. Dentre as propriedades mecânicas, a resistência à flexão é uma medida de tensão e resistência à fratura, onde

os resultados irão denotar as características de resistência da prótese em uma situação clínica<sup>7</sup>. Da mesma forma, a temperatura de transição vítrea (Tg), que representa a temperatura em que um polímero passa do estado vítreo para o estado flexível ou maleável sem ocorrência de mudanças em sua estrutura<sup>11</sup>, indica o comportamento da resina acrílica em uma determinada temperatura e também como ela pode vir a ser alterada após a incorporação de alguns produtos<sup>11</sup>.

Diante disso, a obtenção de bases de próteses de resina acrílica com ação antimicrobiana, preservando suas propriedades físicas e mecânicas, poderia contribuir para a solução de diversos problemas relacionados à colonização microbiana em próteses totais ou parciais removíveis e para a melhoria da qualidade de vida de seus usuários.



***REVISÃO DE LITERATURA***

---

## REVISÃO DE LITERATURA

A incorporação de uma substância antimicrobiana a um reembasador protético foi tema do estudo de Douglas, Walker<sup>19</sup>, em 1973. Os autores adicionaram Nistatina em doses de 400 e 800 unidades de pó ao reembasador protético Tempo. Na primeira parte do estudo, buscaram determinar a dosagem efetiva de Nistatina incorporada ao produto, garantir que ela não tivesse sido inativada após a incorporação e que pudesse ser liberada pelo reembasador. Diante disso, foi realizada análise microbiológica para quantificar a inibição de *Candida albicans* pelos espécimes contendo Nistatina. Na segunda parte do estudo, foi analisada a efetividade clínica do sistema reembasador/Nistatina. Para isso, 13 pacientes com diagnóstico de estomatite protética foram divididos em dois grupos: o grupo teste (n=7), composto por pacientes que tiveram suas próteses reembasadas com reembasador contendo Nistatina e o grupo controle (n=6), nos quais apenas o reembasador foi aplicado na superfície da prótese e tabletes de Nistatina foram prescritos para serem utilizados 4 vezes ao dia durante 3 semanas. Em relação à primeira parte do trabalho, os autores afirmaram que a incorporação de Nistatina a 400 unidades promoveu ação antimicrobiana somente durante os primeiros 20 dias e que o reembasador com 800 unidades de Nistatina promoveu ação antimicrobiana por aproximadamente 50 dias. No estudo clínico realizado, o reembasador protético contendo Nistatina foi tão efetivo quanto a terapia convencional (grupo controle) para o tratamento de estomatite.

Em 1975, Douglas, Clarke<sup>18</sup> avaliaram os efeitos da incorporação de Nistatina sobre propriedades físicas e mecânicas de reembasadores protéticos (Coe-Corfort, Coe-Soft e Coe-Supersoft). Após a confecção dos corpos de prova, as propriedades avaliadas foram absorção de água, resistência de união, dureza e resistência à compressão. Houve um aumento significativo na absorção de água após a incorporação de Nistatina em todos os materiais testados. Segundo os autores, isso é desejável para a efetividade farmacológica do reembasador contendo Nistatina, pois quanto maior a capacidade do material absorver água, maior será a capacidade de a Nistatina ser difundida aos tecidos orais para exercer seu efeito antimicrobiano. Em relação às outras propriedades, todos os materiais, após a adição do agente antimicrobiano, apresentaram menor resistência à compressão e uma diminuição da dureza. Entretanto, os pesquisadores afirmaram que todas as alterações observadas nestas propriedades não influenciariam negativamente o desempenho clínico dos materiais testados.

Em 1980, McCabe et al.<sup>34</sup> mensuraram a temperatura de transição vítrea (Tg) de várias resinas acrílicas termopolimerizáveis e autopolimerizáveis. Foram confeccionados espécimes (60 x 60 x 3mm) a partir de cada resina acrílica e pequenos discos de aproximadamente 1mm de espessura com massa de 10-40 mg foram cortados de cada espécime e, posteriormente, submetidos à análise em Differential Scanning Calorimetry (DSC). Observou-se que resinas acrílicas

termopolimerizáveis apresentaram altos valores de Tg (105-107 °C) e as resinas acrílicas autopolimerizáveis apresentaram valores menores (86,5 – 102,8 °C). Segundo esses autores, elevados valores de Tg são importantes para evitar alterações dimensionais nas resinas acrílicas.

Addy et al.<sup>2</sup>, em 1981, avaliaram os efeitos da incorporação de acetato de clorexidina em diferentes concentrações (0%, 2,5%, 5% e 10%) sobre o módulo de elasticidade, dureza e alterações de massa de uma resina acrílica termopolimerizável (Trevlon Universal), uma resina acrílica autopolimerizável (Croform) e um condicionador tecidual (Viscogel). A variação de massa dos espécimes foi avaliada após armazenamento em água. Os autores verificaram que os espécimes de resina acrílica termopolimerizável tiveram um ganho de peso inicial, que foi mais notável durante os 10 primeiros dias de armazenamento, independentemente da concentração de clorexidina. Posteriormente, houve perda de massa até os 87 dias em que os espécimes permaneceram estocados em água. Os espécimes confeccionados a partir do condicionador tecidual contendo clorexidina apresentaram constante aumento de massa até o final do armazenamento (87 dias) e observou-se que quanto maior a concentração utilizada, maior foi o aumento de massa. Houve significativa redução nos valores de dureza e módulo de elasticidade para as resinas termopolimerizável e autopolimerizável. Para ambas, o módulo de elasticidade reduziu à medida que se aumentou a concentração de clorexidina ao material. Isso

se explica, segundo os autores, pelo fato de que a clorexidina poderia alterar a estrutura do polímero, interferindo em suas propriedades.

Em 1988, Lamb, Douglas<sup>30</sup> incorporaram o antifúngico Miconazol a uma resina acrílica autopolimerizável e adaptaram esta mistura a cavidades confeccionadas em próteses totais de indivíduos portadores de estomatite protética. A capacidade dessa substância em promover a cura da estomatite e conseqüente redução do número de microrganismos na cavidade oral dos indivíduos foi avaliada. A amostra consistiu de 10 pacientes portadores de estomatite protética, cujo diagnóstico foi realizado através de sinais clínicos e contagem de unidades formadoras de colônias de *Candida albicans*. Posteriormente, uma cavidade de aproximadamente 3 cm de diâmetro foi realizada na região do palato da prótese superior de cada paciente e uma mistura de 200 mg de Miconazol com 4,5 gramas de resina autopolimerizável foi inserida e polimerizada no espaço previamente criado. Os pacientes foram orientados a utilizar suas próteses normalmente e avaliações microbiológicas foram realizadas a cada 3 semanas até o terceiro mês do início do tratamento. Cinco pacientes foram considerados curados após a sexta semana de tratamento, uma vez que os testes realizados não revelaram colônias de *C albicans*; para os outros cinco pacientes não se obteve sucesso após 3 meses de tratamento, o qual foi continuado através de terapia convencional antifúngica. Os autores salientaram que o insucesso no tratamento desses pacientes esteve relacionado ao uso de

medicamentos sistêmicos e que, de maneira geral, o método apresentado pode ser útil para o tratamento de estomatite protética.

Hugget et al.<sup>24</sup>, em 1990, determinaram a temperatura de transição vítrea de diversas resinas acrílicas através de diferentes técnicas: DSC (Differential Scanning Calorimetry), TMA (Thermal Mechanical Analysis) e DMTA (Dynamic Mechanical Thermal Analysis). Neste estudo foram utilizadas resinas acrílicas termopolimerizáveis e autopolimerizáveis. Para análise em DSC foram utilizados um espécime (15 mg) de cada resina e para análise em TMA e DMTA 5 espécimes, com tamanhos de 4 x 4 x 6 mm e 60 x 11 x 2 mm, respectivamente. Foram obtidos resultados semelhantes em relação às três técnicas utilizadas para a determinação da Tg. Entretanto, devido à familiaridade e fácil disponibilidade, a técnica de TMA foi recomendada pelos autores para ser empregada como padrão na avaliação da Tg de resinas acrílicas.

Palmer et al.<sup>40</sup>, em 1992, buscaram padronizar temperaturas para a termociclagem de materiais odontológicos através da determinação da máxima e da mínima temperatura encontradas na cavidade oral de 13 indivíduos após a ingestão de substâncias quentes e frias. Para a determinação da máxima temperatura, o sensor de um termômetro digital foi colocado na fossa central dos dentes mandibulares e na região palatina dos incisivos superiores. Os indivíduos receberam água aquecida através de energia por meio de micro-ondas até aproximadamente 90° C e tentaram ingeri-la na máxima temperatura suportável, desde que não

causasse injúrias aos tecidos orais. Este procedimento foi repetido 5 vezes para cada participante e as máximas temperaturas foram registradas. Para a determinação da mínima temperatura foi utilizado somente a região de molares mandibulares, onde os participantes deveriam manter um cubo de gelo na cavidade oral por 2 minutos. Este procedimento foi realizado cinco vezes por indivíduo e a mínima temperatura foi registrada. Os resultados demonstraram que a média da máxima temperatura registrada na região posterior da mandíbula foi 53,1 °C ( $\pm 4,1$ ) e na região anterior superior foi 58,5 °C ( $\pm 3,3$ ). A média das mínimas temperaturas registradas na região posterior da mandíbula foi de 1 °C ( $\pm 1$ ). Os autores afirmaram que considerando a tolerância aos erros e desvios padrões, variações de 0 °C até 67°C podem ser encontradas na cavidade oral e essas temperaturas podem ser apropriadas para ensaios de termociclagem em materiais dentários.

Imazato et al.<sup>27</sup>, em 1994, incorporaram a uma resina composta um monômero com poder antimicrobiano (MDPB-methacryloyloxydodecylpyridinium bromide) em concentrações de 0%, 0,1% e 0,2% e avaliaram a atividade antimicrobiana e a influência da incorporação deste monômero sobre algumas propriedades mecânicas da resina. Os resultados demonstraram que a adição do monômero inibiu o crescimento bacteriano em todas as concentrações testadas. Não houve diferença estatisticamente significativa entre o grupo controle e os espécimes contendo MDPB, independentemente da concentração, em

relação à resistência à compressão, resistência à tração diametral e resistência á flexão. Os autores afirmaram que o MDPB é capaz de copolimerizar com o monômero da resina e não alterar a cadeia polimérica após a polimerização, ao contrário de outros produtos não copolimerizados, como a clorexidina, por exemplo, que promove efeitos deletérios em propriedades mecânicas das resinas devido à interrupção da forma física do polímero.

El-Charkawi et al.<sup>21</sup>, também em 1994, avaliaram a atividade antimicrobiana e propriedades mecânicas de reembasadores protéticos (Acrostone, Raplon e Ufi-gel) após a incorporação de 2 agentes antimicrobianos (Nistatina e Polinoxilina). Os resultados demonstraram que a adição de Nistatina promoveu efeito antimicrobiano em todas as concentrações testadas (3%, 5% e 10%) e que houve uma relação direta entre a concentração de Nistatina e a duração do efeito antimicrobiano, que foi de aproximadamente 4, 16 e 32 semanas para as concentrações de 3, 5 e 10%, respectivamente. Não houve interferência na resistência à tração, à compressão e ao cisalhamento para estas concentrações de Nistatina testadas, entretanto, segundo os autores, para concentrações acima dessas, as propriedades são negativamente afetadas. Em relação à Polinoxilina, houve inibição do crescimento microbiano somente em altas concentrações (40%, 50% e 60%), o que causou efeitos deletérios às propriedades mecânicas testadas. Por fim, realizou-se análise



espectrográfica em infravermelho, onde se verificou ausência de interação química entre os reembasadores e as substâncias testadas.

Em 1995, Imazato et al.<sup>26</sup> determinaram a atividade antimicrobiana de um monômero do MDPB (methacryloyloxydodecylpyridinium bromide) em suas formas solúvel e não solúvel em água, sobre as principais espécies de *Streptococcus*. A forma solúvel em água consistia de MDPB puro e copolímero de MDPB com acrilamida na proporção 50:50. A forma insolúvel em água consistia de MDPB incorporado a resina composta numa concentração de 20% e, neste caso foi avaliada também adesão bacteriana à superfície dos espécimes. Os autores observaram que o MDPB apresentou atividade antimicrobiana para ambas as formas solúveis em água e apenas uma pequena redução no número de bactérias foi observada para a forma não solúvel, não sendo esta redução estatisticamente significativa. Entretanto, os resultados demonstraram que houve uma diminuição estatisticamente significativa no número de bactérias aderidas na superfície de espécimes de resina contendo MDPB (forma insolúvel), o que indica que a atividade antimicrobiana do monômero MDPB foi reduzida após sua incorporação à resina. Os autores comentaram que a diferença entre a atividade do MDPB solúvel e insolúvel depende de sua estrutura física. Quando solubilizado, ele tem a capacidade de penetrar na parede celular bacteriana, o que caracteriza maior poder antimicrobiano. Já em sua

forma não solúvel, o monômero MDPB pode ser incapaz de penetrar na parede celular bacteriana e exercer efeito antimicrobiano.

Em 1997, Nikawa et al.<sup>37</sup> incorporaram agentes antimicrobianos a condicionadores teciduais e avaliaram, in vitro, a atividade antifúngica e os efeitos provocados sobre propriedades físicas desses condicionadores. Os materiais utilizados foram GC soft liner, no qual foi adicionado prata-zeolita (Zeomic<sup>®</sup>) e Coe Comfort, no qual foi adicionado Undecilinato. As concentrações utilizadas em ambos os casos foram de 1%, 2%, 3%, 4%, e 5%. Após a realização dos testes microbiológicos, constatou-se que os espécimes apresentaram ação antimicrobiana sobre *Candida albicans* e, em muitos casos, o efeito inibitório foi dose-dependente, ou seja, quanto maior a concentração do agente antimicrobiano, maior foi a inibição encontrada. Houve inibição do crescimento fúngico por pelo menos 72 horas para alguns espécimes de GC soft liner contendo prata-zeolita em todas as concentrações utilizadas. De modo geral, a maioria dos espécimes contendo Zeomic<sup>®</sup> apresentou efeitos inibitórios mais significantes. As propriedades físicas foram avaliadas por meio do teste de penetração, sendo que os resultados demonstraram que não houve diferença significativa entre os valores obtidos para o controle e para os espécimes contendo agentes antimicrobianos.

Matsura et al.<sup>33</sup>, também em 1997, avaliaram o efeito antimicrobiano de condicionadores teciduais após a incorporação de

prata-zeolita. Foram obtidos 18 espécimes de cada marca comercial (Visco-gel, GC Soft-Liner, Fitt, SR-Ivoseal e Shofu Tissue Conditioner) a partir da incorporação de Zeomic<sup>®</sup> (prata-zeolita) numa concentração de 2% em relação ao pó. Após a polimerização, foram realizados testes microbiológicos em 9 espécimes de cada marca comercial imediatamente após a esterilização e nos outros 9 espécimes os testes foram realizados 4 semanas após a imersão em saliva artificial. Os resultados demonstraram que houve efeito antimicrobiano em todos os espécimes, para ambas as condições, por aproximadamente quatro semanas, ou seja, tanto aqueles imersos em saliva artificial como aqueles não imersos apresentaram atividade antimicrobiana frente à *Candida albicans*, *Staphylococcus aureus* e *Pseudomonas aeruginosa*.

Chow et al.<sup>14</sup>, em 1999, avaliaram a efetividade de três fármacos antifúngicos (Nistatina, Fluconazol e Itraconazol) que foram incorporados a três condicionadores teciduais (Coe Soft, Viscogel e Fitt) nas concentrações de 1%, 3%, 5%, 7%, 9% e 11%, armazenados ou não em saliva artificial esterilizada. O teste microbiológico foi realizado utilizando-se *Candida albicans* e o diâmetro do halo de inibição foi mensurado durante 14 dias. Foi observado que o pico de atividade antimicrobiana ocorreu entre 65 e 81 horas a partir do início do teste, seguido por um platô. O Itraconazol apresentou maior atividade fungicida do que o Fluconazol, enquanto que a Nistatina apresentou a menor efetividade. A concentração de 5% demonstrou ser mais efetiva dentre as

demais combinações e os espécimes armazenados em saliva apresentaram maior atividade antifúngica do que aqueles não armazenados em saliva. Os autores afirmaram que o halo de inibição ao redor dos espécimes ocorreu devido à liberação do agente antifúngico e, ainda, sugerem que a combinação de 5% de itraconazol/Coesoft ou Fitt é a mais recomendada para estudos futuros e uso clínico.

Segundo Ueshige et al.<sup>60</sup> (1999), a incorporação de prata-zeolita em materiais odontológicos ou dispositivos médicos têm demonstrado eficiente ação antimicrobiana a longo prazo, pois a mesma é liberada em pequenas quantidades com o passar do tempo, exercendo assim seu efeito. Nesse estudo, foi avaliado o efeito da incorporação de prata-zeolita (Zeomic<sup>®</sup>) sobre a viscoelasticidade dinâmica de 5 condicionadores teciduais disponíveis comercialmente (Visco-gel, GC Soft-Liner, FITT, SR-Ivoseal e Shofu Tissue Conditioner). Corpos de prova foram confeccionados a partir desses condicionadores com adição de 0 (controle), 2%, 5% e 10% de Zeomic<sup>®</sup> e permaneceram armazenados em água destilada ou saliva artificial durante 1 ou 28 dias. Posteriormente, a viscoelasticidade dinâmica foi mensurada utilizando-se um viscoelastômetro automático dinâmico (Rheovibron DDV-25FP). Os resultados obtidos a partir do *Módulo Complexo* ( $E^*$ ), que indica a capacidade do material ser resistente à deformação, de modo geral, diminuiu com o aumento da concentração de Zeomic<sup>®</sup> e, de maneira inversa, os valores de  $\tan \delta$ , que indicam o comportamento viscoso do

material, aumentaram com o aumento da concentração de Zeomic<sup>®</sup>. Esses resultados sofreram variações de acordo com a marca comercial avaliada. A adição de Zeomic<sup>®</sup>, para todas as concentrações utilizadas, não afetou as propriedades viscoelásticas do condicionador tecidual Shofu, enquanto que para outros materiais a mesma foi afetada. A magnitude deste efeito, segundo os autores, estaria relacionada aos diferentes pesos moleculares dos plastificantes e dos polímeros, o que está relacionado com a composição de cada marca comercial. Os autores também observaram que o tipo de armazenamento não foi significativo nos resultados obtidos.

Lefebvre et al.<sup>31</sup>, em 2001, avaliaram o efeito antimicrobiano e a citotoxicidade de um reembasador protético (PermaSoft) após a incorporação de Microban<sup>®</sup>, um agente antimicrobiano a base de triclosan. Para a confecção dos corpos de prova, foi utilizado uma parte de Microban para cada 80 partes do material reembasador. A avaliação de citotoxicidade foi realizada a partir de fibroblastos de ratos e a ação antimicrobiana a partir de cultura de *Candida albicans*. Os resultados obtidos demonstraram que a adição de Microban<sup>®</sup> não gerou citotoxicidade ao material. De maneira semelhante, para o ensaio microbiológico não houve diferença estatisticamente significativa entre o grupo controle e aquele contendo Microban, embora para este grupo o crescimento microbiano tenha sido numericamente menor. Os autores concluíram que a adição de Microban<sup>®</sup> na concentração de 1/80 não ocasionou

citotoxicidade ao reembasador protético, mas também não promoveu ação antimicrobiana.

Em 2002, Sanders et al.<sup>52</sup> avaliaram o efeito da incorporação de clorexidina em um ionômero de vidro resinoso (Photac-fill) sobre propriedades mecânicas e antimicrobianas. Foram confeccionados espécimes deste material contendo 5% de clorexidina, os quais foram submetidos a ensaios de dureza, resistência à tração diametral, teste de erosão, análise microbiológica e dos níveis de clorexidina liberados em função do tempo. Todos os testes foram realizados semanalmente durante o período de seis semanas. Após 24 horas, não houve diferença na dureza entre o grupo controle e o grupo com clorexidina, entretanto, na sexta semana observou-se que a dureza foi maior no grupo controle do que o grupo contendo clorexidina. Em relação à resistência à tração diametral, não houve diferença entre os grupos para os tempos avaliados e para o teste de erosão, o grupo controle apresentou valores superiores ao tratado nas primeiras 24 horas e valores estatisticamente inferiores após 6 semanas. Também foi encontrado que o pico de liberação de clorexidina ocorreu durante a primeira semana e que o efeito antimicrobiano aconteceu somente até a terceira semana para os espécimes com clorexidina incorporada. Após esse período, o crescimento bacteriano retornou aos níveis normais, indicando possivelmente que já não houve mais liberação do produto para exercer ação antimicrobiana.

Park et al.<sup>41</sup>, em 2003, incorporaram ácido metacrílico a uma resina acrílica para base protética, acreditando que poderiam obter um material com carga elétrica negativa em sua superfície a partir da copolimerização deste ácido ao metilmetacrilato e com isso reduzir a adesão de *Candida albicans*. As concentrações testadas foram 0%, 5%, 10% e 20% de ácido metacrílico acrescentado ao metilmetacrilato e, após a confecção dos espécimes, foi realizado teste microbiológico e analisada a energia superficial do material através da mensuração do ângulo de contato. Os resultados demonstraram que à medida que se aumentou a concentração do ácido a quantidade de células aderidas foi menor. Também foi encontrado que quanto maior a concentração do ácido, menor foi a tangente do ângulo de contato, o que torna a resina mais hidrofílica, diminuindo a adesão de *C. albicans*. Os autores concluíram que a adição de ácido metacrílico à resina acrílica é um método efetivo para reduzir a adesão de *C. albicans* na superfície desses materiais.

Em 2004, Phoenix et al.<sup>48</sup> avaliaram propriedades mecânicas e térmicas de vários tipos de resinas acrílicas termoativadas convencionais ou termoativadas através de energia por micro-ondas. Os itens avaliados foram: sorção, solubilidade, estabilidade de cor, adaptação, dureza, resistência à flexão e por fim, a temperatura de transição vítrea. Os resultados obtidos através de DSC (Differential Scanning Calorimetry) demonstraram que todos os espécimes polimerizados apresentaram temperatura de transição vítrea de

aproximadamente 100 °C. Ainda, através dessa técnica encontraram que as resinas termoativadas convencionais são menos polimerizadas do que as resinas termo-ativadas através de energia por micro-ondas, visto que uma grande quantidade de monômero que não reagiu foi encontrado após a polimerização daquelas resinas. Já em relação à resistência à flexão, houve uma diferença estatisticamente significativa entre resinas acrílicas termoativadas convencionais e termoativadas através de energia por micro-ondas, sendo que estas apresentaram os maiores valores, que estiveram de acordo com as especificações da ADA n. 12. De acordo com os resultados obtidos, os autores concluíram que as resinas termoativadas através de energia por micro-ondas possuem melhores propriedades térmicas e mecânicas do que as outras resinas avaliadas na pesquisa.

Segundo Canevarolo<sup>11</sup>, 2004, a temperatura de transição vítrea é aquela na qual se inicia o movimento da cadeia polimérica. A passagem do estado vítreo (mais ordenado) para o estado de “borracha” (mais flexível e menos ordenado) é um processo acompanhado de variação de capacidade calorífica da amostra. A Tg é um fenômeno muito pesquisado e sua determinação tem inúmeras aplicações no estudo e caracterização de amostras poliméricas. Quando segmentos de cadeias poliméricas diferentes são forçados a entrar em contato íntimo, eles podem, em função de suas características individuais, produzirem sistemas poliméricos distintos. Quando existe uma semelhança química



suficiente entre os componentes de um determinado sistema, há a formação de uma mistura perfeita, denominada monofásica. Copolímeros se apresentam na forma de um sistema monofásico, porque os diferentes integrantes da cadeia polimérica são forçados a se misturarem em uma escala molecular, em função da existência de uma ligação química primária entre eles. Neste caso, as propriedades do sistema se apresentam intermediárias às propriedades dos componentes individuais, ponderadas em relação às frações volumétricas dos integrantes. Assim, a Tg é deslocada proporcionalmente à concentração dos componentes do sistema, entre os dois valores limites relativos aos componentes puros.

Também em 2004, Abe et al.<sup>1</sup> avaliaram a influência da saliva humana sobre o efeito antimicrobiano de um condicionador tecidual (Shofu) contendo prata-zeólita (Zeomic<sup>®</sup>). Este agente antimicrobiano foi incorporado ao pó do condicionador tecidual numa concentração de 2%. O grupo controle foi composto por corpos de prova confeccionados sem adição de Zeomic<sup>®</sup>. Os corpos de prova foram armazenados durante 28 dias em duas soluções distintas: água destilada e saliva humana, coletada a partir de três voluntários e previamente esterilizada para eliminação de microrganismos. Após o tempo de armazenamento, a saliva e a água destilada foram descartadas e as amostras foram submetidas à avaliação antimicrobiana. Os microrganismos utilizados no teste foram *Candida albicans*, *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus aureus* resistentes à metilina (MRSA), *Pseudomonas aeruginosa* e

*Streptococcus milleri*. Uma suspensão microbiana (100µl) foi adicionada ao tubo contendo as amostras e, após incubação por 24h a 37 °C, o número de unidades formadoras de colônia (CFU) foi quantificado. Observou-se que o efeito antimicrobiano após 24 horas de armazenamento para amostras com prata-zeolita imersas em saliva sobre *C. albicans*, *S aureus* e MRSA foi o mesmo para aquelas imersas em água destilada, não havendo em ambos os casos nenhuma unidade formadora de colônia. Não houve efeito antimicrobiano para *P aeruginosa*. Segundo os autores, esses resultados indicam que o efeito antimicrobiano do condicionador tecidual contendo prata-zeolita não foi influenciado pelo contato com saliva humana.

Ainda em 2004, Pesci-Bardon et al.<sup>46</sup> buscaram desenvolver um protocolo para avaliar as propriedades antissépticas de um composto amônico quaternário polimérico polimerizado com uma resina acrílica para base protética. O composto amônico (Poly 202063A) foi incorporado ao pó da resina acrílica nas concentrações de 2%, 5%, 10%, 20%, 30%, 40% e 50% (pó/pó) e posteriormente discos experimentais de resina acrílica foram confeccionados. As propriedades antissépticas foram avaliadas em relação aos microrganismos *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* e *Candida albicans* utilizando-se três diferentes condições: na primeira (teste A), os discos de resina acrílica foram colocados em 45 ml de solução microbiana; na segunda (teste B), foram inseridos em um recipiente contendo 600µl de suspensão microbiana e dialisados em 45

ml de PBS (Phosphate Buffer Saline) estéril; na terceira (teste C), os discos foram inseridos em 600 µl de PBS estéril e dialisados contra 45 ml de suspensão microbiana. Os resultados demonstraram que para *S. aureus*, as mínimas concentrações inibitórias foram 5% no teste A, 2% no teste B e 50% no teste C; para *Escherichia coli*, 50% no teste A, 2% no teste B e maior que 50% no teste C e finalmente, para *C. albicans*, maior que 50% no teste A, 20% no teste B e maior que 50% no teste C. Esses valores demonstraram que o teste B resulta em propriedades bactericidas e fungicidas com as menores porcentagens de Poly 202063A incorporado a resina acrílica e, através do teste C, observou-se que há difusão do agente antimicrobiano, o que foi confirmado pela redução do número de colônias de *S. aureus*.

Devido ao crescente interesse no desenvolvimento de materiais capazes de reduzir ou eliminar microrganismos, Seyfriedsberger et al.<sup>54</sup>, em 2005, incorporaram um polímero biocida (poly 2-terbutilaminoetilo metacrilato (TBAM) a um polietileno (LLDPE) nas concentrações de 0% (controle), 1,5%, 3% e 5%, visando conferir a ele atividade antimicrobiana. Foi avaliada a atividade antimicrobiana do sistema LLDPE/TBAM e também a formação de biofilme através de mensurações de adenosina tri-fosfato (ATP) após 8, 12 e 16 semanas de incubação em água. Através de microscopia eletrônica e mensurações eletrocinéticas, os autores investigaram a relação entre a atividade antimicrobial e componentes da superfície polimérica e ainda foram

realizados testes mecânicos para avaliar o efeito da incorporação deste polímero biocida sobre propriedades mecânicas do polietileno. A incorporação do polímero (TBAM) ao polietileno (LLDPE) conferiu a este alta atividade antimicrobiana, sendo que para *Staphylococcus aureus*, o número de unidades formadoras de colônias foi reduzido a zero após 24 horas de contato entre bactérias e superfície polimérica em todas as concentrações estudadas. Após 8 semanas de incubação não houve formação de biofilme, que foi detectado apenas após 12 e 16 semanas. Ainda, os autores também observaram que o polímero TBAM adicionado estava disperso heterogeneamente na matriz do polietileno e que a atividade antimicrobiana aumentou proporcionalmente ao aumento do conteúdo de TBAM na superfície polimérica. Por fim, os resultados do módulo de elasticidade e resistência à compressão demonstraram que não houve prejuízo às propriedades mecânicas do polietileno após a incorporação do polímero biocida.

Em 2006, Leonir et al.<sup>32</sup> também incorporaram o poli 2 ter-butilaminoetilo metacrilato (PTBAEMA) a um polietileno, buscando desenvolver um produto com permanente atividade antimicrobiana e baixa citotoxicidade. As superfícies das amostras foram analisadas por meio de ATR (Attenuated Total Reflection Spectroscopy) com o intuito de se localizar o PTBAEMA. A atividade antimicrobiana foi avaliada através de contagem de células viáveis após espécimes contendo PTBAEMA serem inoculados em uma suspensão bacteriana (*Escherichia coli*) durante 0, 20,

60 e 120 minutos a 37° C. Para entender o mecanismo de ação do PTBAEMA, as mudanças morfológicas das células em contato com o material desenvolvido foram investigadas por meio de microscopia eletrônica. A análise por ATR demonstrou que o PTBAEMA estava homoganeamente distribuído, tanto na superfície como em toda a massa das amostras. Os autores também encontraram que o PTBAEMA adicionado ao polietileno apresentou atividade antimicrobiana e quanto maior o tempo que os espécimes contendo PTBAEMA permaneceram em contato com as bactérias, maior foi o efeito antibacteriano observado. Este efeito seria decorrente do contato de bactérias com grupos aminas presente no PTBAEMA, com conseqüente desorganização e lise da membrana celular.

Na medicina também tem se buscado o desenvolvimento de dispositivos com eficácia antimicrobiana. Ignatova et al.<sup>25</sup>, em 2006, recobriram a superfície de aço inoxidável, material muito utilizado em implantes ortopédicos, com diversos copolímeros do 2 ter-butilaminoetilo metacrilato (TBAEMA), conhecidos por possuírem ação antimicrobiana. Dentre inúmeros testes inerentes à caracterização do produto desenvolvido, avaliou-se a superfície das amostras de aço inoxidável após a incorporação do co-polímero de TBAEMA e a adesão de microrganismos na superfície dos espécimes. De acordo com os resultados apresentados, através de microscopia de força atômica (AFM) os autores verificaram que polímeros de TBAEMA estavam

homogeneamente distribuídos na superfície das amostras. Além disso, observou-se que houve diminuição do número de microrganismos (*S. aureus*) aderidos às amostras, o que é de grande interesse para implantes utilizados na medicina.

Em 2006, Pesci-Bardon et al.<sup>47</sup> avaliaram a atividade antimicrobiana de uma resina acrílica para base protética (Pró Base Hot) após a adição de um polímero amônico quaternário com ação antimicrobiana. As concentrações utilizadas foram 0% (controle), 2%, 5%, 10%, 20%, 30%, 40% e 50%. Esses autores encontraram que os espécimes apresentaram efeito bactericida já na concentração de 2% para *E. coli* e *S. aureus* e na concentração de 10% para *P. Aeruginosa*. Entretanto, somente na concentração de 50% a mistura apresentou efeito fungicida para *C albicans*. Os pesquisadores afirmaram que o polímero amônico quaternário foi incorporado diretamente na estrutura molecular do polímero, onde permaneceu unido sem ser liberado. Nenhum comentário sobre a influência da incorporação deste produto em propriedades mecânicas da resina foi realizado.

Em 2007, Thomassim et al.<sup>59</sup> desenvolveram um polipropileno com ação antimicrobiana após adicionarem a este produto o poli 2 ter-butilaminoetilo metacrilato (PTBAEMA). Esses autores avaliaram a morfologia das amostras por meio de microscopia eletrônica e a atividade antimicrobiana foi analisada através da contagem de células viáveis. Os autores observaram que o PTBAEMA estava

homogeneamente distribuído na mistura e que a mesma apresentou atividade antimicrobiana contra *Escherichia coli*. Afirmaram ainda que a atividade antibacteriana demonstrou-se contínua ou duradoura durante o tempo avaliado (0-150 minutos) devido à ligação do PTBAEMA as cadeias do polipropileno, o que, segundo os autores, garante que não haja liberação deste produto ao longo do tempo.

Shibata et al.<sup>56</sup>, em 2007, avaliaram a atividade antimicrobiana, a resistência e o módulo flexural de uma resina acrílica para base protética (Natural Resin) após adição de dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) e dióxido de titânio com apatita coaptada ( $\text{Ap-TiO}_2$ ), nas concentrações de 0%, 1%, 5% e 10%. Os autores constataram que a incorporação de  $\text{TiO}_2$  e  $\text{Ap-TiO}_2$  nas concentrações 5% e 10% apresentou uma diminuição estatisticamente significativa no número de microrganismos. Em relação à resistência à flexão, os autores verificaram que os valores diminuiram à medida que se aumentou a concentração de  $\text{TiO}_2$  ou  $\text{Ap-TiO}_2$ . Determinados grupos não atingiram os valores mínimos recomendados pela norma ISO 1567 para resistência à flexão (> 65 MPa). Os valores do módulo flexural também sofreram variações após a adição desses produtos, mas os resultados permaneceram dentro dos limites da norma ISO 1567 (>2000 MPa). Os pesquisadores comentaram que os valores de resistência à flexão diminuiram devido ao fato de que o grau de conversão da resina acrílica pode ter sido adversamente afetado após a adição dos produtos, aumentando a quantidade de monômero residual,

causando efeito plastificante. Também salientaram que a resina acrílica, por ser um material de origem orgânica, não se une quimicamente com substâncias inorgânicas, como o  $\text{TiO}_2$  e Ap-  $\text{TiO}_2$ . Por fim, concluíram que a mistura resina acrílica/Ap- $\text{TiO}_2$  a 5% pode exercer efeito antimicrobiano e manter propriedades mecânicas adequadas para o uso clínico.

Dhir et al.<sup>16</sup>, em 2007, avaliaram as propriedades físicas de uma resina acrílica para base protética (Lucitone 199) modificada por um monômero experimental com diferentes concentrações de fosfato (10% e 20%). Os autores formularam a hipótese de que a adição de fosfato na resina acrílica para base protética poderia inibir a adesão de *Candida albicans*. Foram avaliadas a sorção e solubilidade em água, estabilidade de cor, manchamento, módulo e resistência flexural. Os autores verificaram que nenhuma diferença estatisticamente significativa foi encontrada em relação à solubilidade em água, estabilidade de cor e manchamento. Entretanto, houve significativo aumento na sorção de água e uma diminuição estatisticamente significativa no módulo e na resistência flexural após a adição deste produto. A partir desses resultados preliminares, os autores concluíram que a resina modificada com 10% de fosfato apresenta as propriedades físicas requeridas e seria a mais indicada para o uso.

Sehgal et al.<sup>53</sup>, em 2007, investigaram propriedades antimicrobianas e mecânicas de resinas compostas utilizadas em ortodontia com adição de agentes antimicrobianos. Foram confeccionados



espécimes a partir da incorporação de BAC (benzalkonium chloride), clorexidina e triclosan em três resinas compostas (3M Unitek, Monrovia, e Calif), nas concentrações de 0,1%, 0,2% e 0,3%, respectivamente. Posteriormente, foi realizada análise antimicrobiana destas misturas sobre *Streptococcus mutans* e avaliada a resistência de união entre a resina modificada e dentes naturais após 24 horas e após 25 dias de armazenamento em água destilada. A liberação dos agentes antimicrobianos da resina composta também foi avaliada através de espectrofotômetro. Os resultados demonstraram que apenas resinas combinadas à BAC apresentaram zona de inibição ao crescimento microbiano. Não houve diferença estatisticamente significativa na resistência de união entre dentes naturais e resina acrílica comparando o grupo controle aos grupos experimentais, tanto após 24 horas como após 25 dias. A liberação de BAC foi maior do que a clorexidina e triclosan, permanecendo por 15 dias em níveis superiores à mínima concentração inibitória ao crescimento microbiano (0,12 µg/ml).

Em 2008, Casemiro et al.<sup>12</sup> avaliaram propriedades mecânicas e antimicrobianas de resinas acrílicas para base protética após a incorporação de prata e zinco. Foram confeccionados espécimes a partir de três marcas comerciais de resinas acrílicas para base protética (Lucitone 550, QC 20 e Onda-Cryl), contendo diferentes concentrações de prata e zinco (0%, 2,5%, 5%, 7,5% e 10%), em relação ao pó da resina. Posteriormente, os corpos de prova foram submetidos à avaliação

antimicrobiana sobre *Candida albicans* e *Streptococcus mutans* e também a avaliações de resistência à flexão e ao impacto. Os resultados demonstraram que a adição de prata e zinco promoveu efeito antimicrobiano em todas as resinas testadas, a partir da concentração de 2,5%. A resistência à flexão diminuiu significativamente com a adição a partir de 2,5% (QC 20 e Lucitone) e 5% (Onda-Cryl). A resistência ao impacto também diminuiu significativamente com a adição a partir de 2,5% (Lucitone) e 5% (QC 20 e Onda-Cryl). Os autores concluíram que a adição de prata e zinco promove atividade antimicrobiana, mas podem afetar negativamente as propriedades mecânicas das resinas acrílicas, dependendo da concentração do agente antimicrobiano acrescentada.

***PROPOSIÇÃO***

---

## **PROPOSIÇÃO**

A proposta deste estudo foi:

- 1) Investigar uma possível união química entre o metacrilato 2 ter-butilaminoetilo (TBAEMA) e a matriz de uma resina acrílica e avaliar a presença de grupos amina na superfície dos espécimes.
- 2) Verificar os efeitos causados pela incorporação do TBAEMA sobre a resistência flexural e a temperatura de transição vítrea da resina acrílica avaliada.

## ***MATERIAL E MÉTODO***

---

# MATERIAL E MÉTODO

## 1 MATERIAL

O material e equipamentos utilizados nesse estudo encontram-se nos Quadros 1 e 2, respectivamente.

Quadro 1- Materiais e respectivos nomes comerciais e fabricantes

MATERIAL	NOME COMERCIAL	FABRICANTE
Gesso pedra tipo III	Herodent	Vigodent S. A. Ind. Com.– Rio de Janeiro – RJ
Isolante para resina acrílica	Cel-Lac	Artigos Odontológicos Clássico Ltda – São Paulo – SP
Lâmina de vidro 25 x 75 x1mm	Knittel Glaser	Geschliffen Mattrand – Alemanha
Lixas d'água para acabamento	Norton T223	Comercial e Técnica de Abrasivos Ltda – Campinas – SP
Papel celofane	-	-
Resina acrílica termopolimerizável incolor	Lucitone 550	Dentsply Ind. e Com. Ltda Petrópolis – RJ
Silicone de condensação	Zetalabor	Zhermack S.p.A. – Rovigo – Itália
Vaselina sólida	Vaselina sólida	Labsynth Produtos para Laboratório Ltda – Diadema – SP
Metacrilato 2-ter-butilaminoetilo	TBAEMA	Degussa Creavis – Alemanha
Fresa	Maxi-cut	Lesfils de August Malleifer SA, Ballaigues, Switzerland

Quadro 2- Equipamentos e respectivos nomes comerciais e fabricantes

EQUIPAMENTO	NOME COMERCIAL	FABRICANTE
Balança de precisão eletrônica	BEL engnnering	MPL- Materiais para Laboratório – Piracicaba – SP
Balança eletrônica	Filizola	Filizola Ind. Brasileira – São Paulo – SP
Cuba para espatulação mecânica	Polidental	Polidental Ind. e Com. Ltda – São Paulo – SP
Kratos XSAM HS	Kratos XSAM HS	Kratos, Manchester, U.K.
Espatulador mecânico	Espatulador Mesclador/Mixing Bow – turbo mix	EDG Equipamentos e Controles – São Carlos – SP
Hartmann & Braun MB SERIES	Hartmann & Braun MB SERIES	Bomen-Canadá
Máquina politriz	Aropol 2V	Arotec S/A Indústria e Comércio - Cotia – SP
Micropipeta Monocanal (100 – 1000µl)	Research Pró	Eppendorf do Brasil Ltda – São Paulo - SP
Mufla metálica	DCL nº 6	Dentária Campineira Ltda – Campinas – SP
Pipeta manual (5 – 10 ml)	Pipeta manual	LABORGLAS – São Paulo - SP
Prensa hidráulica	Delta	Vipi-Delta Máquinas Especiais – Pirassununga – SP
DuPont DSC 2010 TA	DuPont DSC 2010 TA	TA Instruments (USA)
Termopolimerizadora automática	Solab	Solab Equipamentos para laboratórios Ltda -Piracicaba-SP
Máquina de ensaios mecânicos	Material Test System- MTS810	MTS System Corporation- Minnesota- USA
Paquímetro digital	Mitutoyo	Mitutoyo, Japan

## 2 MÉTODO

Nesse estudo foram avaliados seis grupos de resina acrílica, sendo estes constituídos por um grupo controle e 5 grupos experimentais. O grupo controle foi constituído pela resina acrílica Lucitone 550 e os grupos experimentais foram constituídos por resina acrílica Lucitone 550 + TBAEMA em diferentes concentrações (0,5%, 1%, 1,5%, 1,75% e 2% vol/vol), substituídos no líquido da resina acrílica<sup>16, 41</sup>, de acordo com a Tabela 1.

Tabela 1- Descrição dos grupos

<b>Grupo</b>	<b>Pó (g)</b>	<b>Liq. (ml)</b>	<b>TBAEMA (ml)</b>	<b>Total Líq + TBAEMA (ml)</b>
controle	21	10,00	0	10
0,50%	21	9,950	0,05	10
1,00%	21	9,900	0,1	10
1,50%	21	9,850	0,150	10
1,75%	21	9,825	0,175	10
2,00%	21	9,800	0,2	10

As misturas propostas nesse estudo foram realizadas de modo que as concentrações deste produto fossem adicionadas em substituição ao monômero da resina acrílica, complementando assim a proporção especificada pelo fabricante da resina acrílica Lucitone 550, que é 21g pó/10 ml líquido.

Cada grupo foi submetido à análise em Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Espalhamento



Superficial de Elétrons com Análise Química (ESCA), Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) e a avaliação de resistência à flexão.

## **2.1 Obtenção dos espécimes para análise em FTIR, ESCA E DSC**

### **2.1.1 Inclusão de lâminas de vidro e incorporação de TBAEMA à resina acrílica**

Os espécimes utilizados para análise em FTIR e ESCA necessitam apresentar mínima espessura (até 100  $\mu\text{m}$ ), superfícies lisas e translucidez. Para obtenção de espécimes com tais características, duas lâminas de vidro com dimensões de 25 mm x 75mm x 1mm foram incluídas em mufla metálica (Figura 1), utilizando-se gesso pedra tipo III espatulado mecanicamente e respeitando-se as devidas proporções água/pó (30 mL/100 g).



FIGURA 1- Lâminas de vidro incluídas em mufla metálica.

Após a presa do gesso de inclusão, a mufla foi aberta para a realização do isolamento do gesso com isolante para resinas acrílicas. A proporção pó/líquido e manipulação da resina acrílica foram realizadas de acordo com as recomendações do fabricante (21g do pó/10 ml do líquido), sendo que o polímero da resina acrílica foi pesado em uma balança eletrônica com precisão de 0,001g e o líquido mensurado com o auxílio de uma pipeta. O TBAEMA foi incorporado ao líquido da resina acrílica em diferentes concentrações, de acordo com a Tabela 1. As Figuras 2A–2D ilustram a realização desta incorporação.

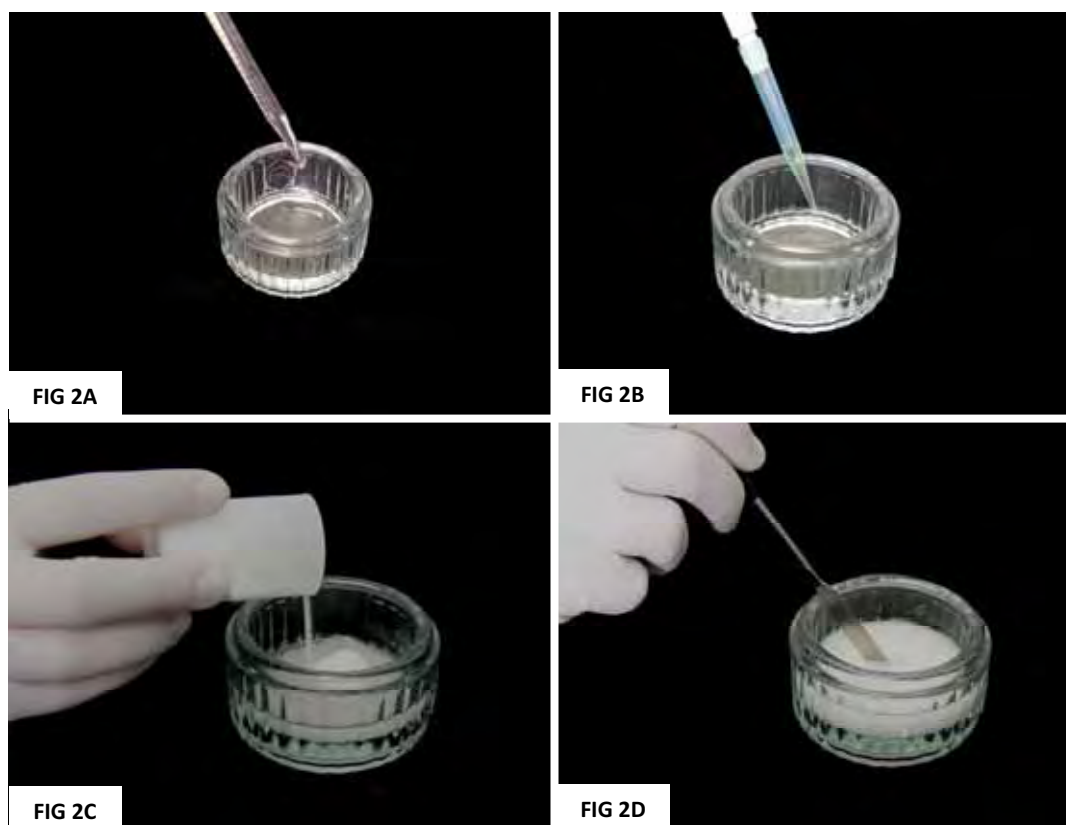


FIGURA 2A- Monômero da resina acrílica colocado em pote de vidro com auxílio de pipeta manual. FIGURA 2B- TBAEMA adicionado ao monômero através de micropipeta manual. FIGURA 2C- Pó da resina acrílica

incorporado à mistura. FIGURA 2D- Mistura do pó e do líquido com auxílio de espátula nº 24.

### 2.1.2 Prensagem

Ao atingir a fase plástica, a massa de resina acrílica foi adaptada sobre a lâmina de vidro na mufla (Figura 3A) e a prensagem foi realizada sob prensa hidráulica em duas etapas, uma prensagem inicial e uma final. Para a prensagem inicial, uma carga de 0,5 toneladas (Figura 3B) foi exercida e, logo após, a mufla foi aberta e os excessos de resina acrílica foram eliminados com auxílio de um buril de Le Cron.



FIG 3A



FIG 3B

FIGURA 3A- Massa polimérica sobre a lâmina de vidro; Figura 3B – Mufla sob a prensa hidráulica.

A mufla foi novamente fechada e levada à prensa aplicando-se cargas gradativas de 0,5, 0,75 e 1,25 toneladas. Para uma correta acomodação da resina no interior da mufla e uma agregação adequada

do monômero ao polímero da resina acrílica, a mufla foi mantida sob a prensa por um período de 30 minutos<sup>7</sup>.

### 2.1.3 Polimerização

A mufla foi fechada com auxílio de parafusos próprios e levada para a polimerização em uma termopolimerizadora automática (Figura 4) com controle de tempo e temperatura, de acordo com as recomendações do fabricante da resina acrílica (banho de água: 90 min a 73°C + 30 min a 100 °C). Os espécimes foram polimerizados individualmente.



FIGURA 4 - Termopolimerizadora automática utilizada para polimerização da resina acrílica.

#### **2.1.4 Desinclusão e acabamento**

Após a polimerização, a mufla foi resfriada sobre bancada por uma noite<sup>45</sup> e, então, os espécimes foram desincluídos (Figuras 5). Os excessos das bordas dos espécimes foram retirados utilizando-se fresa Maxi-cut e micromotor.



FIGURA 5- Espécime obtido após desinclusão e acabamento.

#### **2.1.5 Análise em FTIR, ESCA E DSC**

Um espécime de cada grupo foi utilizado para a realização de cada um dos protocolos abaixo descritos:

##### **2.1.5.1 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)**

Os espécimes foram submetidos à análise em FTIR, onde foi avaliada a interação química entre a resina acrílica e o TBAEMA. Estas análises foram realizadas com auxílio de um equipamento Hartmann &

Braun MB SERIES, na região de comprimento de onda entre 400 a 4000  $\text{cm}^{-1}$ , com resolução de 2  $\text{cm}^{-1}$ , após 64 varreduras.

#### **2.1.5.2 Espalhamento Superficial de elétrons com análise química (ESCA)**

Os espécimes foram submetidos à análise de espalhamento superficial de elétrons com análise química, onde foi avaliada a composição química de suas camadas superficiais. Os experimentos foram realizados com auxílio da técnica de espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS), empregando-se o espectromicroscópio de superfícies Kratos XSAM HS.

#### **2.1.5.3 Análise térmica via calorimetria diferencial de varredura (DSC)**

Os espécimes foram submetidos à análise térmica via calorimetria diferencial de varredura, cujo objetivo foi avaliar a influência da incorporação do TBAEMA na temperatura de transição vítrea da resina acrílica. Estas análises foram realizadas em amostras de 10 mg obtidas a partir de espécimes confeccionados de acordo com a metodologia acima descrita, em um equipamento TA 20120 e consistiu de uma varredura térmica à velocidade de aquecimento controlada em 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , em atmosfera de nitrogênio.

## 2.2 Obtenção dos espécimes para análise da resistência à flexão

Para o ensaio mecânico de flexão, os espécimes foram obtidos a partir de um padrão metálico com as seguintes dimensões: 67 mm X 12 mm X 5,3 mm (Figura 6A). Estas medidas são superiores às recomendadas pela ISO/FDIS 1567<sup>28</sup> para esse tipo de ensaio mecânico (Figura 6B) para possibilitar o acabamento dos espécimes com lixas de diferentes granulações e atingir assim as dimensões recomendadas pela norma ISO/FDIS<sup>28</sup>.

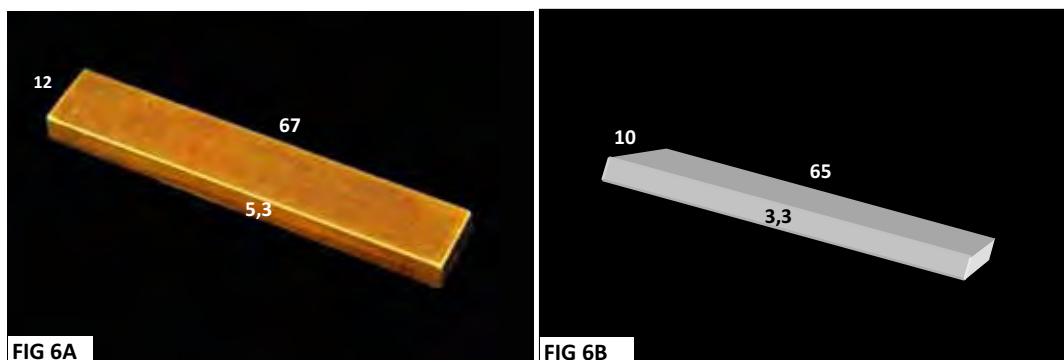


FIGURA 6A- Padrão metálico para obtenção dos espécimes em resina acrílica para o ensaio de flexão. FIGURA 6B- Medidas recomendadas pela norma ISO/FDIS 1567<sup>28</sup>, em milímetros, do espécime para o ensaio de flexão.

### 2.2.1 Preparo e inclusão do conjunto silicona/padrão metálico em mufla metálica

Para facilitar a remoção do padrão metálico após a inclusão em mufla metálica, o mesmo foi envolvido individualmente por silicona de inclusão. Uma matriz de madeira (Figura7A) foi utilizada para se obter

uma quantidade padrão de silicona. O padrão metálico foi posicionado no interior dessa matriz e a silicona foi corretamente acomodada sobre o mesmo. Esse conjunto foi levado a uma prensa hidráulica e mantido sob carga de 0,5 toneladas até a polimerização completa da silicona<sup>7</sup> (Figura 7B).

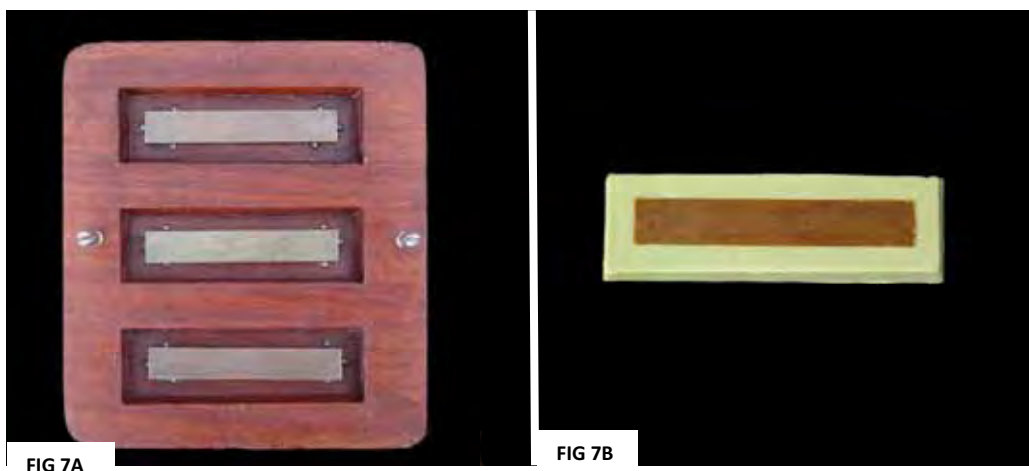


FIGURA 7A- Padrões metálicos posicionados no interior das lojas na matriz de madeira para o ensaio de flexão. FIGURA 7B- conjunto silicona/padrão metálico, após a polimerização do silicone.

Em seguida, o conjunto silicona/padrão metálico foi incluído individualmente (Figura 8) em gesso pedra espatulado mecanicamente na proporção água/pó de 30 ml/100g.





FIGURA 8 - Mufla aberta mostrando conjunto silicone/padrão metálico incluído individualmente.

### 2.2.2 Incorporação de TBAEMA à resina acrílica e prensagem

Após abertura da mufla, o padrão metálico foi removido e realizou-se isolamento do gesso de inclusão com Cel-Lac. A proporção e manipulação pó/líquido da resina acrílica foram realizadas de acordo com as recomendações do fabricante, sendo que o polímero (pó) da resina acrílica foi pesado em uma balança de precisão eletrônica e o líquido (monômero) mensurado com o auxílio de uma pipeta. O TBAEMA foi adicionado em diferentes concentrações (0,5%; 1%; 1,5%; 1,75% e 2% vol/vol) à mistura pó/líquido da resina acrílica como descrito anteriormente (Tabela 1 e Figuras 2A-2D) e após atingir a fase plástica, a mistura foi colocada no interior do silicone previamente incluído em mufla metálica para posterior prensagem (Figura 9).



FIGURA 9- Mistura da resina acrílica na fase plástica colocada no interior do molde em silicone.

A prensagem foi realizada sob prensa hidráulica em duas etapas, uma prensagem inicial e uma final. Para a prensagem inicial, uma carga de 0,5 toneladas foi exercida e, logo após, a mufla foi aberta e os excessos de resina eliminados com auxílio de um buril de Le Cron. Durante a prensagem final, cargas de 0,5, 0,75 e 1,25 toneladas foram exercidas sobre a mufla.

Para uma correta acomodação da resina no interior do molde em silicone e uma agregação adequada do monômero ao polímero da resina acrílica, um período de 30 minutos foi aguardado sob a prensa<sup>7</sup>. Posteriormente, as muflas foram fechadas com auxílio de parafusos próprios e, então, levadas para polimerização.

### **2.2.3 Polimerização**

Os espécimes foram polimerizados individualmente em uma termopolimerizadora automática (Figura 4) com controle de tempo e temperatura. O ciclo utilizado para a apolimerização dos espécimes seguiu as recomendações do fabricante da resina acrílica Lucitone 550 (banho de água: 90 min a 73°C + 30 min a 100 °C).

### **2.2.4 DESINCLUSÃO E ACABAMENTO**

Após a polimerização, as muflas foram deixadas em repouso por uma noite sobre a bancada e posteriormente foram abertas a para desinclusão dos espécimes<sup>45</sup>.

O acabamento dos espécimes foi realizado em uma máquina politriz (Aropol 2V) com auxílio de duas matrizes metálicas<sup>7</sup>, confeccionadas especialmente para que os espécimes atingissem as dimensões recomendadas pela norma ISO/FDIS 1567<sup>28</sup> para o ensaio de flexão. Uma delas permitiu o desgaste seletivo da espessura (Figura 10A) e a outra o desgaste tanto na largura como no comprimento do espécime (Figura 10B).

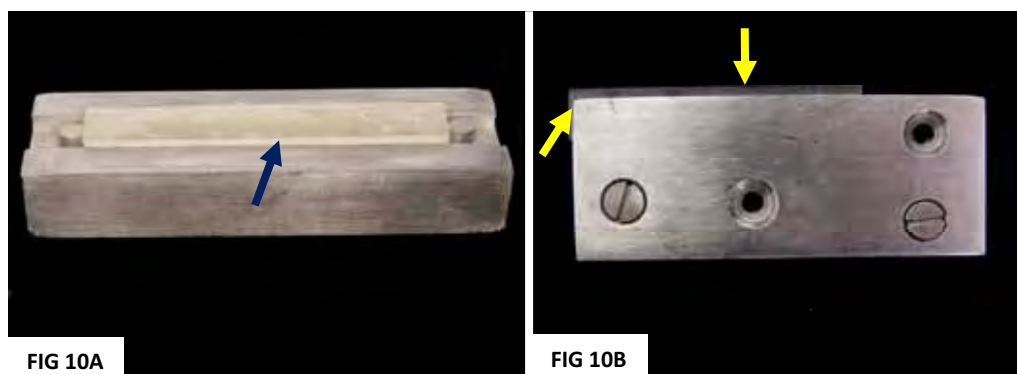


FIGURA 10A - Espécime posicionado em matriz metálica, com seta indicando a espessura em excesso. FIGURA 10B- Espécime posicionado em matriz metálica com setas indicando largura e comprimento em excesso.

Foram utilizadas lixas d'água para acabamento com granulações de 280 e 320 para o desgaste inicial e 400 e 600 para o desgaste final dos espécimes (Figura 11A-11C) Após acabamento (Figura 11D), os espécimes foram armazenados em água destilada à 37° C por 50 ± 2 h até ser realizado o ensaio mecânico<sup>7</sup>.

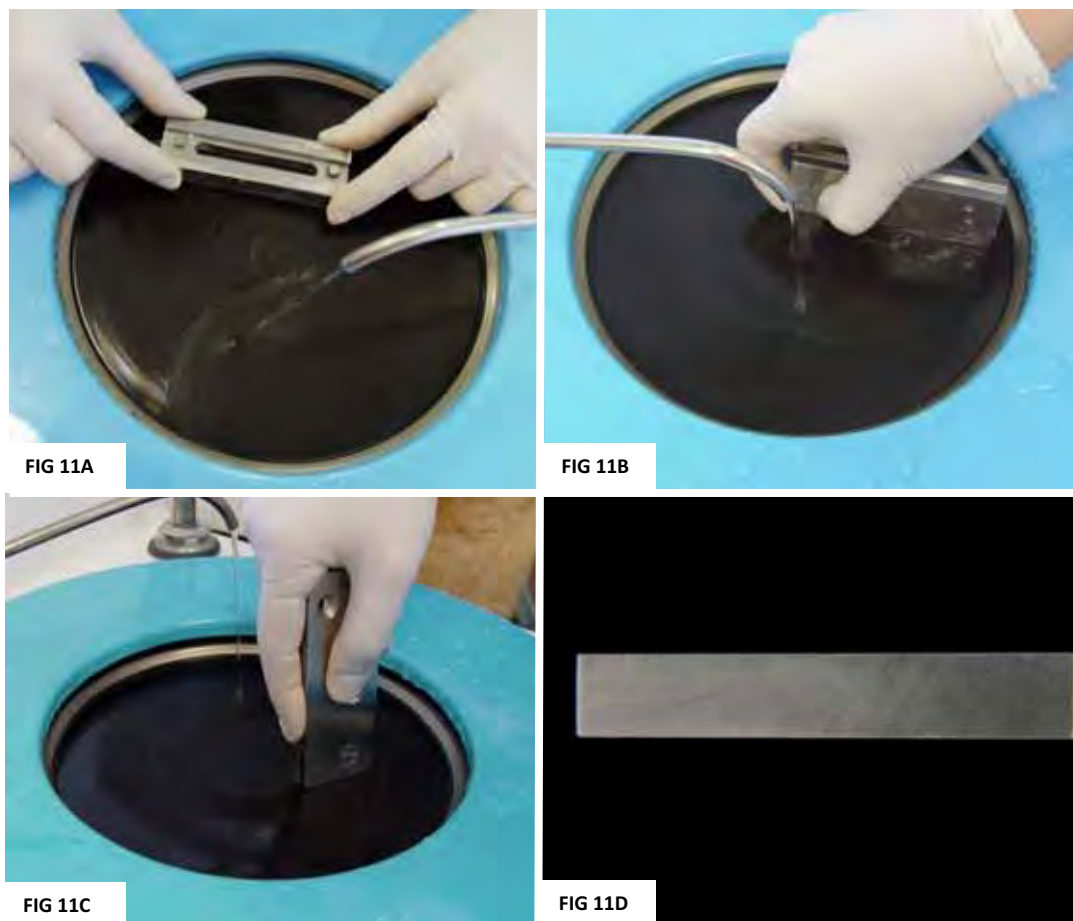


FIGURA 11A - Acabamento realizado na máquina politriz (AROPOL 2V) com o auxílio de matrizes metálicas, possibilitando desgaste em espessura); FIGURA 11B - Largura; FIGURA 11C - Comprimento; FIGURA 11D - espécime após acabamento.

### 2.2.5 ANÁLISE DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Cada espécime foi submetido ao ensaio de flexão em três pontos em uma máquina de ensaios mecânicos *Material Test System* (MTS-810) (Figura12A). Este equipamento permanece ligado a um computador, o qual possui um software que analisa e registra

graficamente o comportamento do material frente à aplicação de cargas.  
(Figura 12B).



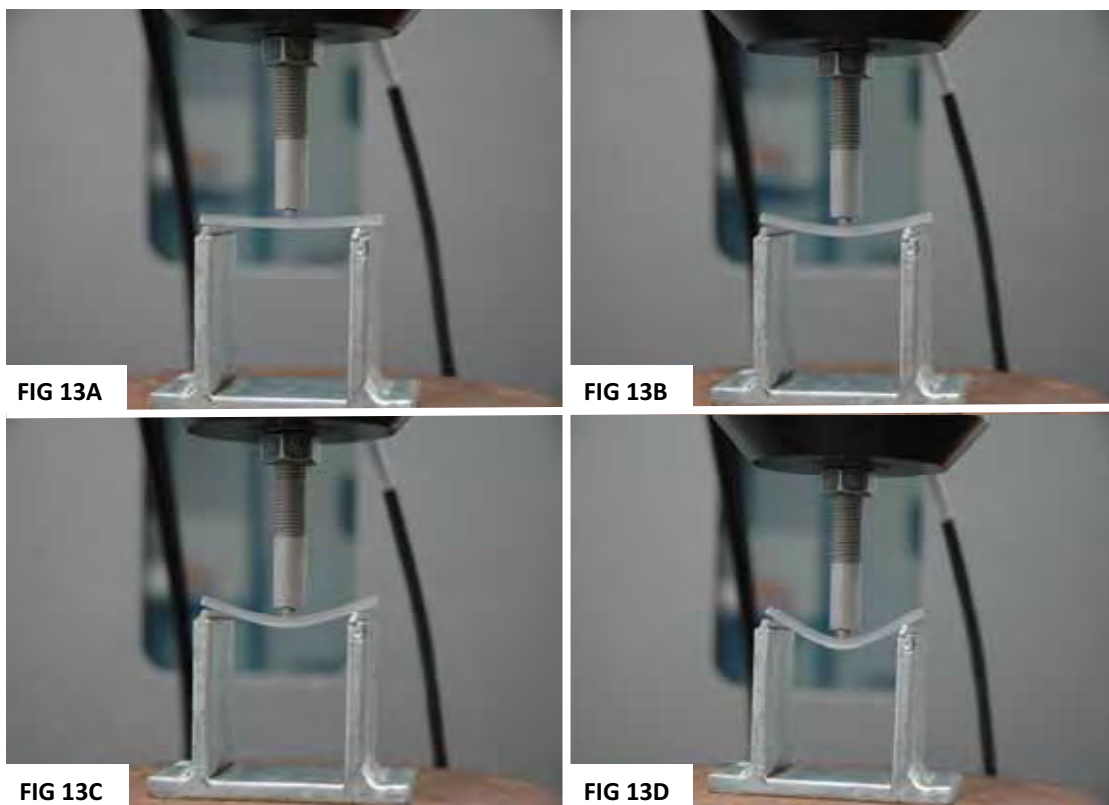
FIG 12A



FIG 12B

FIGURA 12A- Máquina de ensaios mecânicos Material Test System (MTS-810); FIGURA 12B- Computador com software que analisa e registra graficamente o comportamento do material frente à aplicação de cargas.

As cargas foram aplicadas de forma perpendicular e centralmente a cada espécime sob uma velocidade constante de 5,0 mm/min<sup>7,12,16</sup>, até ser registrada a carga máxima em Newtons para a quebra do espécime (Figuras 13A – 13D).



FIGURAS 13A-13D- Aplicação de cargas de forma perpendicular e centralmente a cada espécime sob uma velocidade constante de 5mm/min, até ser registrada a carga máxima para a quebra do espécime, em Newtons.

Após a obtenção do registro da carga máxima, aplicou-se a seguinte fórmula para se obter o valor da resistência à flexão em MegaPascal (MPa)<sup>7,56</sup>:

$$F_s = \frac{3Fl}{2bh^2}$$

Onde:

$F_s$  = resistência à flexão

$F$  = carga máxima, em Newtons, aplicada sobre o espécime

$l$  = distância entre os suportes em milímetros

$b$  = largura dos espécimes, em milímetros

$h$  = espessura do espécime, em milímetros

Com o valor de  $F$  obtido no ensaio mecânico, os de  $l$  (50 mm),  $b$  (~10 mm) e  $h$  (~3,3 mm), obteve-se o valor de  $F_s$  de cada espécime de resina acrílica para os seis grupos avaliados.

## Planejamento experimental

A análise dos dados obtidos a partir de análises em FTIR, ESCA e DSC foi realizada de forma descritiva. Para a realização de cada teste um espécime por grupo foi utilizado.

O número de espécimes para cada grupo para o ensaio de flexão foi baseado na literatura ( $n=10$ )<sup>7</sup>. A variável resistência à flexão foi submetida a um fator de variação (adição de TBAEMA) com 6 níveis, correspondentes às diferentes concentrações do metacrilato (0%, 0,5%,



1,0%, 1,5%, 1,75% e 2,0% vol/vol). A variável estudada apresentou aderência à distribuição normal e homogeneidade de variâncias. Dessa forma, foi testada por meio de análise de variância a um fator (ANOVA), seguida pelo teste de Tukey para comparações múltiplas. Ambos foram empregados com níveis de significância de 0,05.

***RESULTADO***

---

## **RESULTADO**

### **1 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)**

Os espectros obtidos para todos os grupos de resina acrílica contendo TBAEMA demonstraram evidências de copolimerização entre estas duas substâncias. Esta evidência está na presença de bandas de absorção observadas no espectro de espécimes contendo o TBAEMA na região ente  $1300-1320\text{ cm}^{-1}$ , que estão ausentes no espectro de espécimes de resina acrílica pura. A Figura 14 exemplifica espectros de resina acrílica pura, resina acrílica contendo TBAEMA, e de TBAEMA puro.

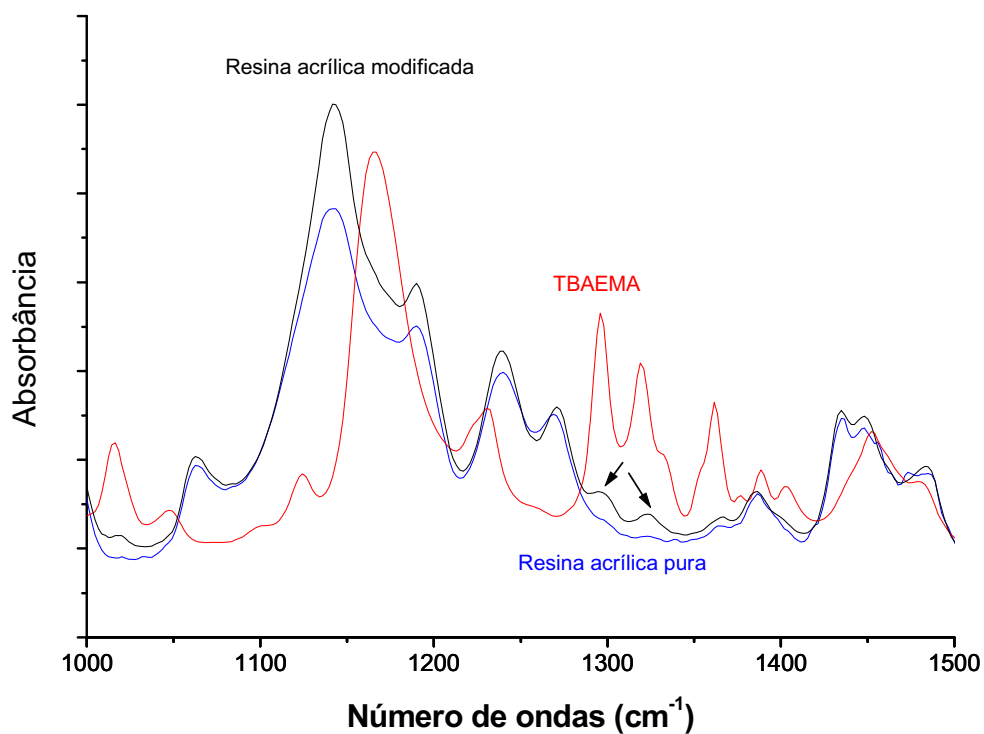


FIGURA 14- As setas evidenciam bandas de absorção no espectro do espécime contendo TBAEMA, na região ente 1300-1320 cm<sup>-1</sup>, que estão ausentes em espécimes de resina acrílica pura.

## 2 Espalhamento Superficial de elétrons com análise química (ESCA)

Os resultados obtidos através de análise em ESCA estão apresentados na Tabela 2. A porcentagem atômica de Nitrogênio na superfície dos espécimes foi determinada para as diferentes concentrações de TBAEMA, após sua incorporação na resina acrílica Lucitone 550.

Tabela 2 - Porcentagem atômica de Nitrogênio na superfície dos espécimes

<b>Grupo</b>	<b>% Nitrogênio na Superfície</b>
Controle	0
0,5%	0,13
1%	0,74
1,5%	0,66
1,75%	0,92
2%	0,33

Observou-se que a incorporação do TBAEMA na resina acrílica resultou em diferentes porcentagens atômicas de Nitrogênio na superfície dos corpos de prova. O grupo 1,75% apresentou os maiores valores (0,92%) e o grupo 0,5% apresentou os menores (0,13%). As porcentagens atômicas de nitrogênio na superfície dos espécimes são equivalentes as porcentagens de grupos amina.

### **3 Calorimetria Diferencial de Varredura- (DSC)**

Os resultados obtidos através de análise de DSC para as diferentes concentrações de TBAEMA na resina acrílica Lucitone 550 estão apresentados nas Figuras 15-20.

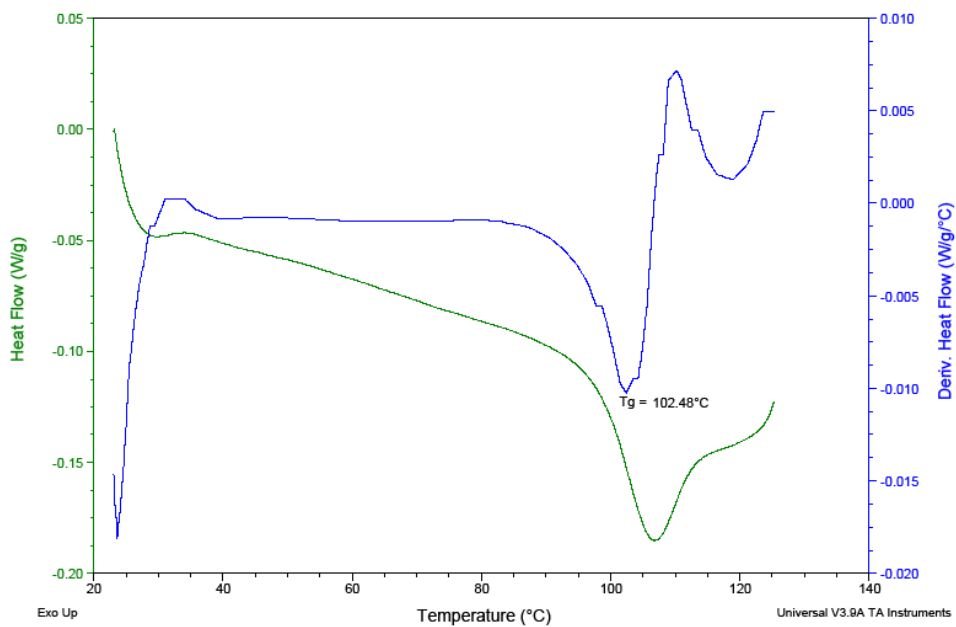


FIGURA 15 - Resina acrílica pura (controle).

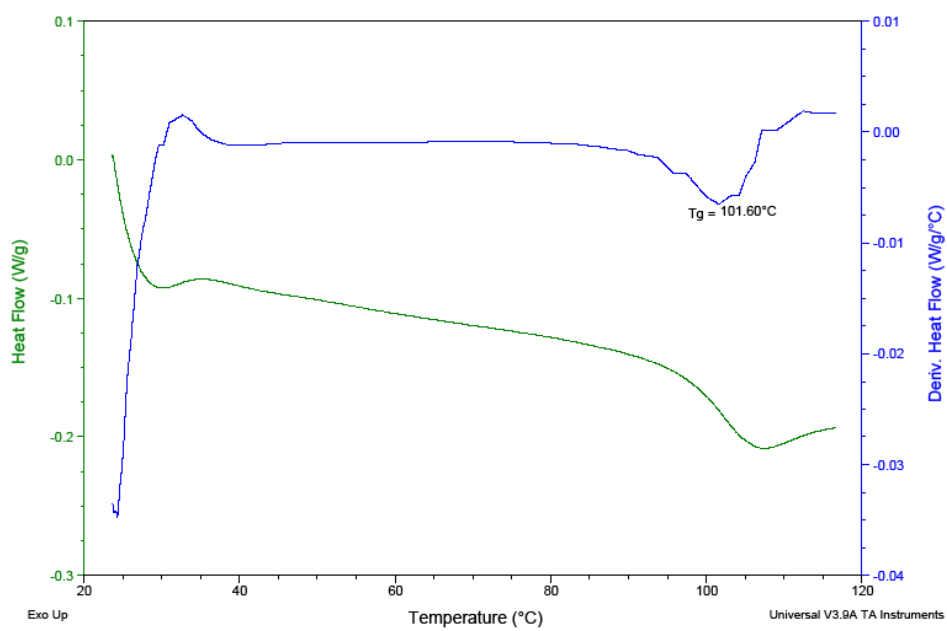


FIGURA 16 - Resina acrílica modificada 0,5%.

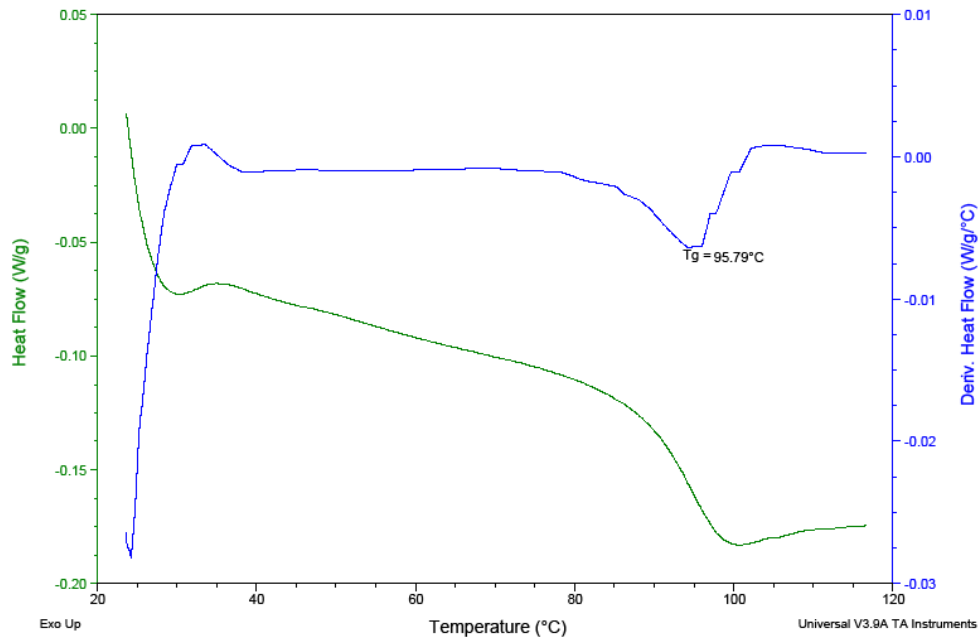


FIGURA 17 - Resina acrílica modificada 1%.

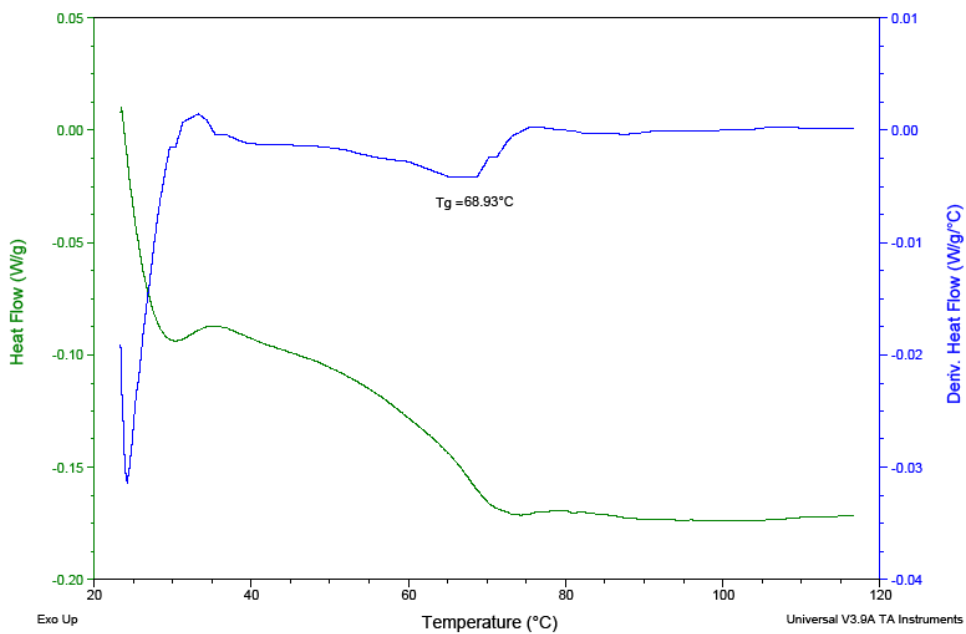


FIGURA 18 - Resina acrílica modificada 1,5%.

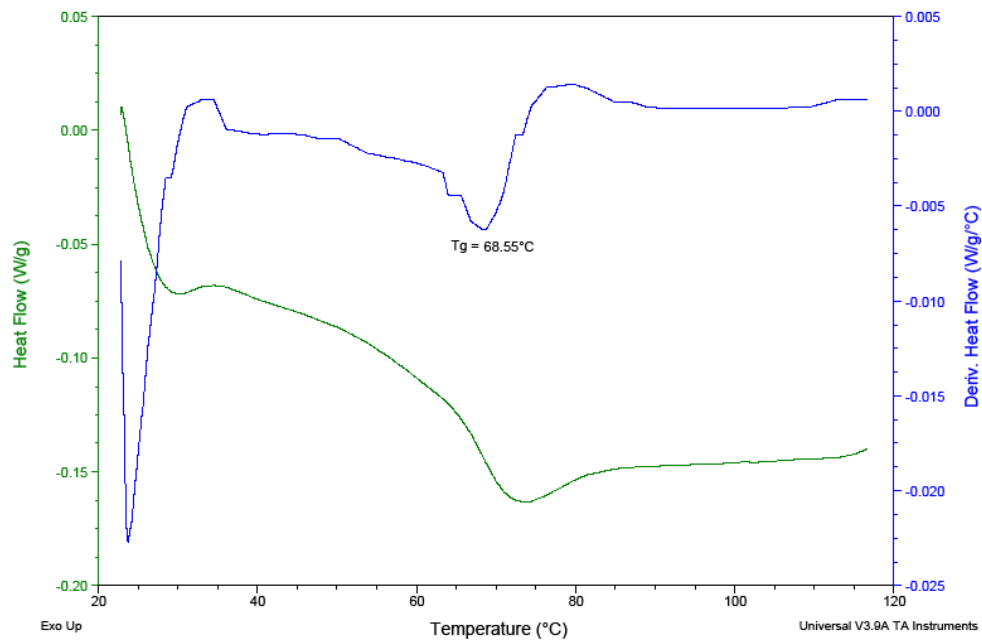


FIGURA 19- Resina acrílica modificada 1,75%.

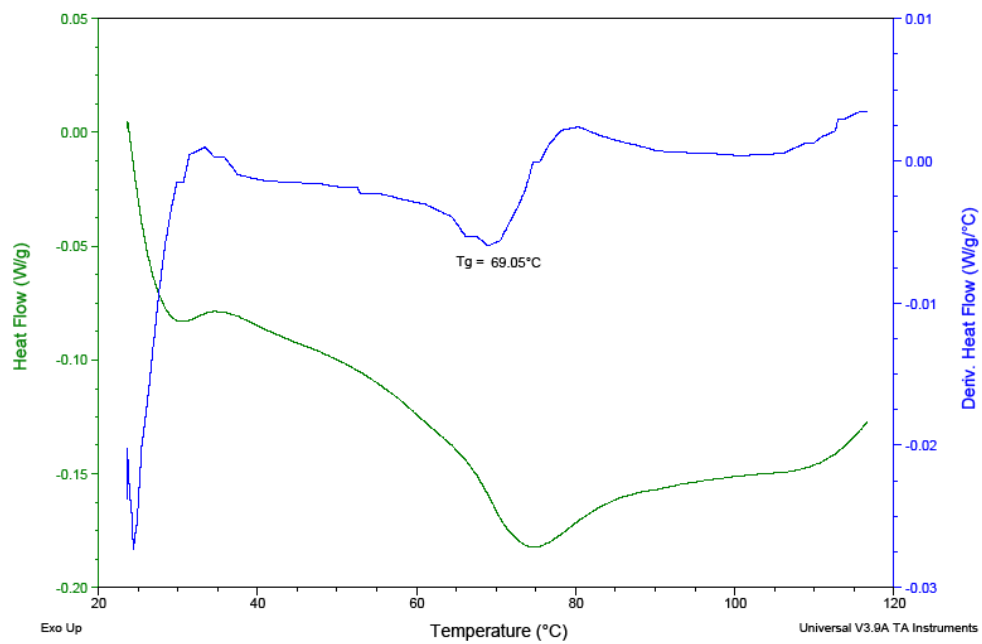


FIGURA 20- Resina acrílica modificada 2%.



A Figura 21 demonstra o efeito da incorporação do TBAEMA sobre a temperatura de transição vítrea da resina acrílica Lucitone 550 para todos os grupos avaliados.

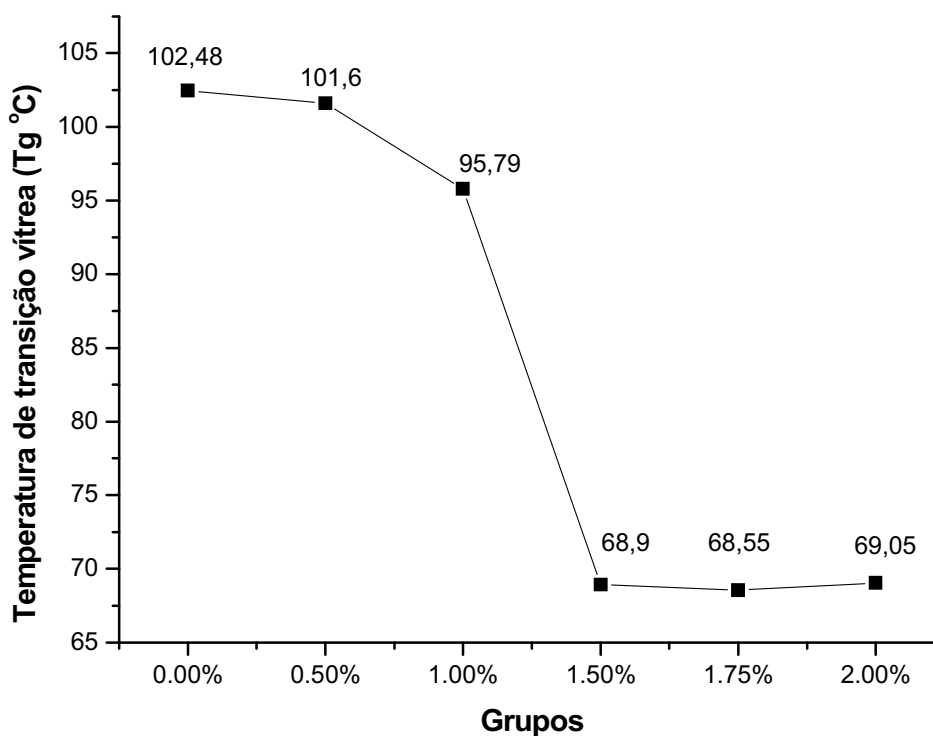


FIGURA 21- Efeito da incorporação de TBAEMA sobre a Tg da resina acrílica Lucitone 550.

Observou-se que a incorporação de TBAEMA promoveu uma redução na temperatura de transição vítrea da resina acrílica. Os maiores valores foram encontrados para os grupos 0%, 0,5% e 1%, enquanto que os menores valores foram encontrados para os grupos 1,5%, 1,75% e 2%.

#### 4 Resistência à flexão

Na segunda etapa deste estudo, foi avaliada a influência da incorporação do TBAEMA na resistência à flexão da resina acrílica Lucitone 550.

Na Tabela 3 são apresentados os valores de resistência à flexão, em MPa, obtidos a partir de espécimes de resinas acrílicas sintetizados com as diferentes concentrações de TBAEMA. Os resultados da análise de variância podem ser observados na Tabela 4.

Tabela 3 - Valores de resistência à flexão, em MPa, obtidos em espécimes de resina acrílica sintetizados com diferentes concentrações de TBAEMA. Médias e desvios padrão

Espécime	Grupo					
	0,00%	0,50%	1,00%	1,5%	1,75%	2,00%
1	98,29	95,37	86,39	86,54	70,93	20,34
2	99,85	100,2	84,1	87,20	75,52	16,19
3	96,94	91,9	83,88	81,20	69,9	23,95
4	94,91	89,51	82,46	82,05	72,18	13,36
5	95,64	93,72	82,57	82,74	74,03	16,17
6	107,15	94,12	82,9	72,78	75,66	20,23
7	94,66	95,34	84,93	85,48	73,45	14,81
8	100,37	92,74	79,78	90,83	73,01	16,29
9	100,36	89,3	86,22	77,07	69,16	14,64
10	94,47	91,01	86,02	82,64	58,11	16,96
<b>Média</b>	<b>98,26</b>	<b>93,32</b>	<b>83,92</b>	<b>82,85</b>	<b>71,19</b>	<b>17,29</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>3,90</b>	<b>3,24</b>	<b>2,08</b>	<b>5,17</b>	<b>5,08</b>	<b>3,24</b>

Tabela 4 - Análise de variância para a avaliação do efeito da adição de TBAEMA sobre a resistência à flexão

Fonte de variação	SQ	gl	QM	F	P
Adição de TBAEMA	43610,068	5	8722,014	560,472	< 0,001*
Resíduo	840,343	54	15,562		
Total	44450,410	59			

\* Significante ( $P < 0,05$ )

Observou-se que a adição do TBAEMA à resina acrílica influenciou significativamente os resultados ( $p < 0,001$ ). Para identificar os grupos que sofreram esta influência foram realizadas comparações múltiplas de médias pelo teste de Tukey. O resultado obtido pode ser visualizado na Figura 22 em que letras maiúsculas iguais representam semelhança estatística.

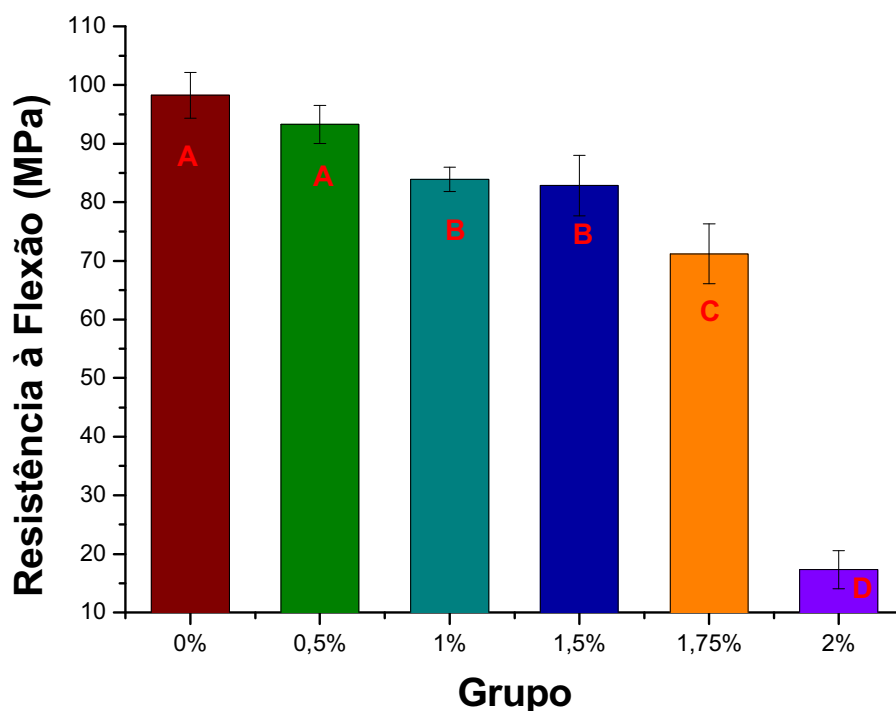


FIGURA 22 - Resistência à flexão para a resina acrílica Lucitone 550, de acordo com a concentração de TBAEMA. Letras maiúsculas idênticas representam semelhança estatística (Teste de Tukey,  $p < 0,05$ ).

Observou-se que a resistência à flexão diminuiu à medida que se aumentou a concentração de TBAEMA na resina acrílica. O teste de Tukey demonstrou que não houve diferenças entre o grupo controle ( $98,26 \pm 3,9$ ) e o grupo 0,5% ( $93,32 \pm 3,24$ ). De maneira semelhante, o grupo 1,0% ( $83,92 \pm 2,08$ ) e o grupo 1,5% ( $82,85 \pm 5,17$ ) não apresentaram diferenças entre eles. A adição de 1,75% de TBAEMA demonstrou resultados intermediários ( $71,19 \pm 5,08$ ) e os menores valores foram observados para o grupo 2% ( $17,29 \pm 3,24$ ).

***DISCUSSÃO***

---

## DISCUSSÃO

Uma das principais causas da estomatite protética é a colonização da superfície das próteses por microrganismos patogênicos<sup>16</sup>. Para solucionar esse problema, muitas pesquisas têm sido realizadas na tentativa de se obter bases protéticas de resinas acrílicas com propriedades antimicrobianas através da incorporação de agentes antimicrobianos<sup>2,12,16,56</sup>. Entretanto, observa-se que isso pode promover efeitos deletérios às propriedades mecânicas e físicas da resina acrílica e os agentes antimicrobianos podem ser liberados com o passar do tempo, resultando na perda do efeito<sup>27</sup>.

Uma alternativa para isso seria incorporar à resina acrílica um agente antimicrobiano que permaneça unido à ela após a polimerização e, dessa forma, não seja liberado com o passar do tempo<sup>40</sup>. O metacrilato 2 ter-butilaminoetilo (TBAEMA) é uma substância policatiônica que pode unir-se quimicamente à resina acrílica e apresentar atividade antimicrobiana devido a presença de grupos amina em sua composição.

Os resultados obtidos a partir de FTIR para amostras de resina acrílica modificada demonstraram evidências de reação de copolimerização em todos os grupos onde houve a incorporação do TBAEMA, ou seja, o TBAEMA uniu-se quimicamente à resina acrílica. Isso ocorre porque esta substância possui cadeias de metacrilato em sua estrutura, podendo assim reagir quimicamente com outros materiais

poliméricos, como a resina acrílica. Este tipo de reação é importante, pois é um indicativo de que o agente antimicrobiano não é liberado com o passar do tempo.

Nossos resultados corroboram com Imazato et al.<sup>27</sup>, que desenvolveram uma resina composta com ação antimicrobiana após incorporarem a ela um monômero com ação antimicrobiana (MDPB). Esses autores afirmam que houve copolimerização entre o MDPB e a resina composta, o que fez com que o mesmo não fosse liberado com o passar do tempo.

De acordo com Ottersbach, Sosna<sup>39</sup>, os grupos amina que permanecem unidos a cadeia principal do metacrilato podem resultar em atividade antimicrobiana. Neste estudo, as superfícies dos espécimes foram avaliadas através de ESCA para verificar a presença de grupos amina. Esta técnica é muito utilizada na área de engenharia para avaliar a composição química da superfície de vários tipos de materiais, incluindo os polímeros. Todos os elementos químicos, além do hidrogênio (H), podem ser detectados a uma profundidade de até 100Å.

No contexto do presente estudo, foram observados diferentes índices de Nitrogênio na superfície dos espécimes de todos os grupos de resina acrílica modificada. A porcentagem de Nitrogênio encontrada pode ser considerada quimicamente similar a porcentagem de grupos amina na superfície dos espécimes. Dessa forma, nossos resultados sugerem que a resina acrílica contendo TBAEMA poderia

apresentar potencial antimicrobiano devido a presença de grupos amina em sua superfície. Entretanto, estes resultados devem ser interpretados com cautela, pois não é conhecida a mínima percentagem atômica de grupos amina presentes na superfície dos espécimes necessária para promover tal atividade e outros estudos são necessários para elucidar estas questões.

De maneira geral, houve aumento nas porcentagens atômicas de Nitrogênio na superfície dos espécimes de acordo com o aumento da concentração de TBAEMA na resina acrílica. Entretanto, o grupo 2 % apresentou baixas porcentagens atômicas de Nitrogênio, o que pode ser explicado devido a uma possível diminuição no grau de polimerização da resina acrílica neste grupo, que poderia resultar numa menor quantidade de Nitrogênio presente na superfície dos espécimes. Outra possível explicação poderia ser o fato de que o ESCA pode detectar elementos químicos até a uma profundidade de 100Å. Neste caso, o TBAEMA poderia estar heterogeneamente disperso no interior da matriz da resina resultando em menores índices atômicos de Nitrogênio na superfície da resina.

Além das etapas relacionadas à caracterização química da resina acrílica contendo TBAEMA acima comentadas, é importante estudar os efeitos causados pela incorporação de agentes antimicrobianos sobre propriedades físicas e mecânicas das resinas acrílicas. No presente trabalho avaliou-se o efeito desta incorporação



sobre a temperatura de transição vítrea e resistência flexural da resina acrílica Lucitone 550.

A transição vítrea ( $T_g$ ) é um efeito térmico utilizado para a caracterização de plásticos e outros materiais amorfos ou semicristalinos. Ela representa a temperatura de passagem de um material do estado vítreo para o estado borrachoso, sem ocorrência de uma mudança estrutural<sup>11</sup>. Além disso, permite prever o comportamento de um determinado material numa determinada temperatura, designando indiretamente certas propriedades do material, como propriedades mecânicas e resistência à temperatura<sup>11</sup>.

No caso da resina acrílica, a  $T_g$  pode ser afetada por diversos fatores, incluindo o grau de polimerização, presença de plastificantes na massa polimerizada, umidade no material<sup>48</sup> ou a incorporação de agentes antimicrobianos. Geralmente, o aumento do grau de polimerização da resina acrílica resulta em aumento da  $T_g$ , enquanto que a presença ou incorporação de plastificantes resulta em sua diminuição<sup>48</sup>.

Neste estudo, o valor da temperatura de transição vítrea obtido para o grupo controle ( $102,48\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) está de acordo com os resultados apresentados por Phoenix et al.<sup>48</sup>, que em 2004 avaliaram propriedades mecânicas e térmicas de várias marcas comerciais de resinas acrílicas e encontraram que a temperatura de transição vítrea variou de  $102,5^{\circ}\text{C}$  a  $104,7^{\circ}\text{C}$  para todas as marcas testadas. Em relação

aos demais grupos, observamos que a temperatura de transição vítrea diminuiu de acordo com o aumento da concentração de TBAEMA e, a partir da concentração de 1,5% manteve-se relativamente constante até a concentração de 2%, a qual apresentou o valor de 69,05 °C. Neste caso, como se trata de uma reação de copolimerização, o nível de energia necessário para que as moléculas adquiram mobilidade está relacionado a cada constituinte<sup>11</sup>, ou seja, o valor da Tg resultante situa-se ponderadamente entre os valores da Tg dos constituintes do sistema resina acrílica/TBAEMA. Assim, sabendo que a Tg da resina acrílica Lucitone 550 é 102,48 °C e do TBAEMA 32,85 °C, a Tg proveniente das diversas concentrações oscilou entre esses valores, estando estas oscilações relacionadas a cada concentração.

Considerando que as variações extremas de temperatura no interior da cavidade oral provocadas pela ingestão de líquidos frios e quentes são de aproximadamente 0 °C a 67 °C<sup>40</sup>, os resultados obtidos neste estudo permitem saber, de forma subjetiva, o comportamento de uma prótese contendo TBAEMA numa situação clínica, onde a mesma é submetida a constantes variações térmicas provenientes da ingestão de alimentos ou bebidas a temperaturas baixas ou elevadas. Dessa forma, como nossos resultados demonstraram uma variação da Tg entre 68,55 °C até 102,48 °C, pode-se dizer que não haveriam implicações clínicas em relação as influências causadas sobre a temperatura de transição vítrea da resina após a incorporação de TBAEMA.

A incorporação de um agente antimicrobiano a uma resina acrílica pode também exercer influências sobre suas propriedades mecânicas. Dentre as diversas propriedades mecânicas, a resistência à flexão é uma medida de tensão e resistência à fratura, onde os ensaios mecânicos irão denotar as características de resistência da prótese em uma situação clínica<sup>7</sup>.

Os resultados obtidos demonstraram que a incorporação de TBAEMA promoveu reduções estatisticamente significantes na resistência à flexão da resina acrílica. Estes resultados são concordantes com outros estudos que também verificaram diminuição nos valores de resistência flexural de resinas acrílicas após a incorporação de agentes antimicrobianos<sup>2,12,16,56</sup>. Shibata et al.<sup>56</sup>, após constatarem uma diminuição na resistência e no módulo flexural de uma resina acrílica após a adição de dióxido de titânio e dióxido de titânio com apatita coaptada, explicaram que isso ocorreu devido ao fato de que o grau de conversão da resina acrílica pode ser adversamente afetado após a adição dos agentes antimicrobianos, aumentando a quantidade de monômero residual que age como plastificante. Além disso, salientaram que a resina acrílica, por ser um material de origem orgânica, não se une quimicamente com materiais de origem inorgânica, como o  $TiO_2$ . Resultados semelhantes foram encontrados por Dhir et al.<sup>16</sup>, que após a adição de um monômero contendo fosfato à uma resina acrílica, justificaram que a diminuição nos valores de resistência a flexão e módulo flexural poderiam estar

associadas com a diluição de componentes do líquido da resina acrílica, como o agente de ligação cruzada (EGDMA). Ainda, tais achados corroboram com os resultados de Casemiro et al.<sup>12</sup>, que também observaram queda na resistência à flexão e ao impacto após incorporarem prata e zinco em três resinas acrílicas comercialmente disponíveis. Esses autores explicam que o grau de conversão da resina relacionado à quantidade de monômero residual poderia ter influenciado os resultados obtidos.

No contexto do presente estudo, os resultados obtidos podem estar associados a uma possível diminuição no grau de conversão e à diminuição da temperatura de transição vítrea da resina acrílica após a incorporação de TBAEMA. Ainda, tais achados poderiam relacionar-se à presença de monômero residual, que pode afetar negativamente as propriedades mecânicas de resinas acrílicas por causar efeito plastificante<sup>12,56</sup>. Entretanto, os valores de resistência à flexão obtidos para todos os grupos, exceto o grupo 2%, estavam de acordo com os mínimos valores recomendados pela ISO 1567<sup>28</sup> (65 MPa), o que permite a aplicabilidade clínica de concentrações até 1,75% para a resina estudada.

Futuros estudos devem ser conduzidos para investigar outras propriedades mecânicas e físico-químicas de resinas acrílicas após a incorporação de TBAEMA. Ainda, testes microbiológicos e citotóxicos são necessários com a perspectiva de que bases protéticas com as

concentrações de TBAEMA aqui estabelecidas apresentem propriedades antimicrobianas e, assim, possam contribuir para a melhoria da saúde bucal de pacientes portadores de próteses que utilizem tais materiais em sua confecção.

**CONCLUSÃO**

---

## CONCLUSÃO

Diante dos resultados obtidos e dentro das limitações deste estudo, pode ser concluído que:

1) Houve evidências de copolimerização entre a resina acrílica e o TBAEMA e a presença de nitrogênio indica que grupos amina foram encontrados na superfície dos espécimes;

2) A resistência flexural e a temperatura de transição vítrea foram afetadas após a incorporação do TBAEMA;

3) A concentração de 1,75% é a máxima permitida para futuros estudos e possível aplicabilidade clínica para a resina acrílica estudada.

## ***REFERÊNCIAS***

---



## REFERÊNCIAS \*

1. Abe Y, Ishii M, Takeuchi M, Ueshige M, Tanaka S, Akagawa Y. Effect of saliva on an antimicrobial tissue conditioner containing silver-zeolite. *J Oral Rehabil.* 2004; 31: 568-73.
2. Addy M, Handley R. The effects of the incorporation of chlorhexidine acetate on some physical properties of polymerized and plasticized acrylics. *J Oral Rehabil.* 1981; 8: 155-63.
3. Arendorf TM, Walker DM. Denture stomatitis: a review. *J Oral Rehabil.* 1987; 14: 217-27.
4. Asad T, Watkinson AC, Huggett R. The effect of disinfection procedures on flexural properties of denture base acrylic resins. *J Prosthet Dent.* 1992; 68: 191-5.
5. Asad T, Watkinson AC, Huggett R. The effects of various disinfectant solutions on the surface hardness of an acrylic resin denture base material. *Int J Prosthodont.* 1993; 6: 9-12.
6. Banting DW, Hill SA. Microwave disinfection of dentures for the treatment of oral candidiasis. *Spec Care Dentist.* 2001; 21: 4-8.
7. Barbosa DB, Souza RF, Pero AC, Marra J, Compagnoni MA. Flexural strength of acrylic resins polymerized by different cycles. *J Appl Oral Sci.* 2007; 15: 424-8.
8. Brace ML, Plummer KD. Practical denture disinfection. *J Prosthet Dent.* 1993; 70: 538-40.

---

\* De acordo com o estilo Vancouver. Disponível no site:  
[http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

9. Budtz-Jørgensen E, Carlino P. A miconazole lacquer in the treatment of Candida-associated denture stomatitis. *Mycoses*. 1994; 37: 131-5.
10. Burns DR, Kazanoglu A, Moon PC, Gunsolley JC. Dimensional stability of acrylic resin materials after microwave sterilization. *Int J Prosthodont*. 1990; 3: 489-93.
11. Canevarolo, SV. Técnicas de caracterização de polímeros. São Paulo: Artliber; 2004.
12. Casemiro LA, Martins CH, Pires-de-Souza FD, Panzeri H. Antimicrobial and mechanical properties of acrylic resins with incorporated silver-zinc zeolite - part I. *Gerodontology*. 2008; 25: 187-94.
13. Chan EC, Iugovaz I, Siboo R, Bilyk M, Barolet R, Amsel R, et al. Comparison of two popular methods for removal and killing of bacteria from dentures. *J Can Dent Assoc*. 1991; 57: 937-9.
14. Chow CK, Matear DW, Lawrence HP. Efficacy of antifungal agents in tissue conditioners in treating candidiasis. *Gerodontology*. 1999; 16: 110-8.
15. Compagnoni MA, Souza RF, Marra J, Pero AC, Barbosa DB. Relationship between Candida and the nocturnal denture wear: quantitative study. *J Oral Rehabil*. 2007; 34: 600-5.
16. Dhir G, Berzins DW, Dhuru VB, Periathamby AR, Dentino A. Physical properties of denture base resins potentially resistant to Candida adhesion. *J Prosthodont*. 2007; 16: 465-72.
17. Dixon DL, Breeding LC, Faler TA. Microwave disinfection of denture base materials colonized with *Candida albicans*. *J Prosthet Dent*. 1999; 81: 207-14.

18. Douglas WH, Clarke DA. Physical and mechanical properties of nystatin-containing denture liners. *J Prosthet Dent.* 1975; 34: 428-34.
19. Douglas WH, Walker DM. Nystatin in denture liners-an alternative treatment of denture stomatitis. *Br Dent J.* 1973; 135: 55-9.
20. Douglass CW, Shih A, Ostry L. Will there be a need for complete dentures in the United States in 2020? *J Prosthet Dent.* 2002; 87: 5-8.
21. El- Charkawi H, el-Said EA, Safouh HM , el-Raghi N. Effect of addition antimicrobial agents to denture reliners. *Egypt Dent J.* 1994; 40: 785-90.
22. Ellakwa AE, El-Sheikh AM. Effect of chemical disinfectants and repair materials on the transverse strength of repaired heat-polymerized acrylic resin. *J Prosthodont.* 2006; 15: 300-5.
23. Guivante-Nabet C, Berenholc C, Berdal A. Caries activity and associated risk factors in elderly hospitalised population--15-months follow-up in French institutions. *Gerodontology.* 1999; 16: 47-58.
24. 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.
25. Ignatova M, Voccia S, Gilbert B, Markova N, Cossement D, Gouttebaron R, et al. Combination of electrografting and atom-transfer radical polymerization for making the stainless steel surface antibacterial and protein antiadhesive. *Langmuir.* 2006; 22: 255-62.
26. Imazato S, Russell RR, McCabe JF. Antibacterial activity of MDPB polymer incorporated in dental resin. *J Dent.* 1995; 23: 177-81.
27. Imazato S, Torii M, Tsuchitani Y, McCabe JF, Russell RR. Incorporation of bacterial inhibitor into resin composite. *J Dent Res.* 1994; 73: 1437-43.

28. International Organization for Standardization. Specification 1567: denture base polymers. 2nd ed. Geneva: ISO; 1998.
29. Kossioni AE, Karkazis HC. Socio-medical condition and oral functional status in an older institutionalised population. *Gerodontology*. 1999; 16: 21-8.
30. Lamb DJ, Douglas CW. Treatment of denture stomatitis by a sustained drug-delivery device: a preliminary study. *J Dent*. 1988; 16: 219-21.
31. Lefebvre CA, Wataha JC, Cibirka RM, Schuster GS, Parr GR. Effects of triclosan on the cytotoxicity and fungal growth on a soft denture liner. *J Prosthet Dent*. 2001; 85: 352-6.
32. Lenoir S, Pagnouille C, Galleni M, Compère P, Jérôme R, Detrembleur C. Polyolefin matrixes with permanent antibacterial activity: preparation, antibacterial activity, and action mode of the active species. *Biomacromolecules*. 2006;8:2291-6.
33. Matsuura T, Abe Y, Sato Y, Okamoto K, Ueshige M, Akagawa Y. Prolonged antimicrobial effect of tissue conditioners containing silver-zeolite. *J Dent*. 1997;25: 373-7.
34. McCabe JF, Wilson HJ. The use of differential scanning calorimetry for the evaluation of dental materials. Part II. Denture base materials. *J Oral Rehabil*. 1980; 7: 235-43.
35. Nair RG, Samaranayake LP. The effect of oral commensal bacteria on candidal adhesion to denture acrylic surfaces. An in vitro study. *APMIS*. 1996; 104: 339-49.
36. Niessen LC. Geriatric dentistry in the next millennium: opportunities for leadership in oral health. *Gerodontology*. 2000; 17: 3-7.

37. Nikawa H, Yamamoto T, Hamada T, Rahardjo MB, Murata H, Nakanoda S. Antifungal effect of zeolite-incorporated tissue conditioner against *Candida albicans* growth and/or acid production. *J Oral Rehabil.* 1997; 24: 350-7.
38. Ottersbach P, Kossmann B. Eine neue klasse von bioziden. *GIT Labor Fachzeitschrift.* 2002; 46: 452-6.
39. Ottersbach P, Sosna F. Verfahren zur mikrobiziden tiefenimprägnierung poröse materialien. *Eur. Pat. Appl. EP 1281490,* 2003.
40. Palmer DS, Barco MT, Billy EJ. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosthet Dent.* 1992; 67: 325-7.
41. Park SE, Periathamby AR, Loza JC. Effect of surface-charged poly(methyl methacrylate) on the adhesion of *Candida albicans*. *J Prosthodont.* 2003; 12: 249-54.
42. Pavan S, Arioli Filho JN, Dos Santos PH, Mollo Fde A Jr. Effect of microwave treatments on dimensional accuracy of maxillary acrylic resin denture base. *Braz Dent J.* 2005; 16: 119-23.
43. 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.
44. Peltola P, Vehkalahti MM, Wuolijoki-Saaristo K. Oral health and treatment needs of the long term hospitalized elderly. *Gerodontology.* 2004; 21: 93-9.
45. Pero AC. Validação de um método de análise da porosidade em resinas acrílicas para base de prótese [Tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2008.

46. Pesci-Bardon C, Fosse T, Madinier I, Serre D. In vitro new dialysis protocol to assay the antiseptic properties of a quaternary ammonium compound polymerized with denture acrylic resin. *Lett Appl Microbiol.* 2004; 39: 226-31.
47. Pesci-Bardon C, Fosse T, Serre D, Madinier I. In vitro antiseptic properties of an ammonium compound combined with denture base acrylic resin. *Gerodontology.* 2006; 23: 111-6.
48. Phoenix RD, Mansueto MA, Ackerman NA, Jones RE. Evaluation of mechanical and thermal properties of commonly used denture base resins. *J Prosthodont.* 2004; 13: 17-27.
49. Polyzois GL, Zissis AJ, Yannikakis SA. The effect of glutaraldehyde and microwave disinfection on some properties of acrylic denture resin. *Int J Prosthodont.* 1995; 8: 150-4.
50. Radford DR, Challacombe SJ, Walter JD. Denture plaque and adherence of *Candida albicans* to denture-base materials in vivo and in vitro. *Crit Rev Oral Biol Med.* 1999; 10: 99-116.
51. Saliba NA, Saliba CA, Marcelino G, Moimaz SAS. Saúde bucal dos idosos: uma realidade ignorada. *Rev Assoc Paul Cir Dent.* 1999; 53: 279-82.
52. Sanders BJ, Gregory RL, Moore K, Avery DR. Antibacterial and physical properties of resin modified glass-ionomers combined with chlorhexidine. *J Oral Rehabil.* 2002; 29: 553-8.
53. Sehgal V, Shetty VS, Mogra S, Bhat G, Eipe M, Jacob S, Prabu L. Evaluation of antimicrobial and physical properties of orthodontic composite resin modified by addition of antimicrobial agents--an in-vitro study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2007; 131: 525-9.

54. Seyfriedsberger G, Rametsteiner Ka, Kern W. Polyethylene compounds with antimicrobial surface properties. *Eur Polym J.* 2006; 42: 3383-9.
55. Shen C, Javid NS, Colaizzi FA. The effect of glutaraldehyde base disinfectants on denture base resins. *J Prosthet Dent* 1989; 61: 583-9.
56. Shibata T, Hamada N, Kimoto K, Sawada T, Sawada T, Kumada H, et al. Antifungal effect of acrylic resin containing Apatite-coated TiO<sub>2</sub> photocatalist. *Dent Mater J.* 2007; 26: 437-44.
57. Silva MM, Vergani CE, Giampaolo ET, Neppelenbroek KH, Spolidorio DM, Machado AL. Effectiveness of microwave irradiation on the disinfection of complete dentures. *Int J Prosthodont.* 2006; 19: 288-93.
58. Thomas CJ, Webb BC. Microwaving of acrylic resin dentures. *Eur J Prosthodont Restor Dent.* 1995; 3: 179-82.
59. Thomassin JM, Lenoir S, Riga J, Jérôme R, Detrembleur C. Grafting of Poly[2-(tert-butylamino)ethyl methacrylate] onto polypropylene by reactive blending and antibacterial activity of the copolymer. *Biomacromolecules.* 2007; 8: 1171-7.
60. Ueshige M, Abe Y, Sato Y, Tsuga K, Akagawa Y, Ishii M. Dynamic viscoelastic properties of antimicrobial tissue conditioners containing silver-zeolite. *J Dent.* 1999; 27: 517-22
61. Wilson J. The etiology, diagnosis and management of denture stomatitis. *Br Dent J.* 1998;185: 380-4.

Autorizo a reprodução deste trabalho.  
(Direitos de publicação reservados ao autor)

Araraquara, 13 de março de 2009.

André Gustavo Paleari