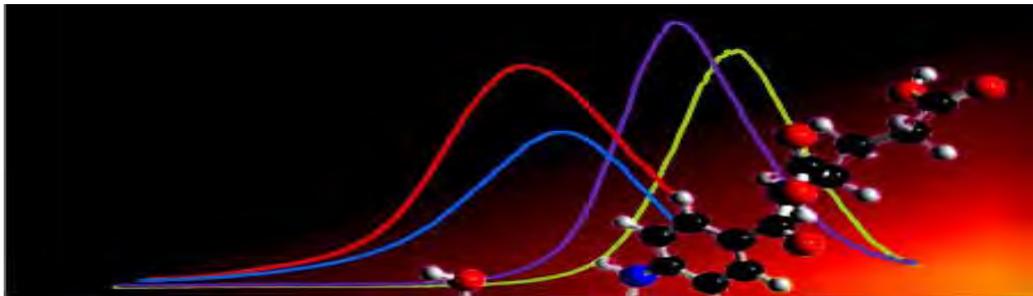




UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO MESQUITA FILHO"
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA

Carlos Eduardo Leão Lombardo

*Efeito da irradiação por microondas sobre as
propriedades viscoelásticas de resinas para base
de prótese e reembasamento*



Araraquara
2009



Carlos Eduardo Leão Lombardo

*Efeito da irradiação por microondas sobre as
propriedades viscoelásticas de resinas para base de
prótese e reembasamento*

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

Orientador: Prof. Dr. Carlos Eduardo Vergani

Co-orientador: Prof.Dr. Sebastião Vicente Canevarolo Júnior

Araraquara
2009

Lombardo, Carlos Eduardo Leão

Efeito da irradiação por microondas sobre as propriedades viscoelásticas de resinas para base de prótese e reembasamento / Carlos Eduardo Leão Lombardo. – Araraquara: [s.n.], 2009.

126 f. ; 30 cm.

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

Orientador: Prof. Dr. Carlos Eduardo Vergani

Co-orientador: Prof. Dr. Sebastião Vicente Canevarolo Júnior

1. Resinas acrílicas 2. Temperatura de transição 3. Desinfecção
4. Microondas I. Título

CARLOS EDUARDO LEÃO LOMBARDO

**EFEITO DA IRRADIAÇÃO POR MICROONDAS SOBRE AS
PROPRIEDADES VISCOELÁSTICAS DE RESINAS PARA
BASE DE PRÓTESE E REEMBASAMENTO**

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

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

2º Examinador: **Prof. Dr. Rafael Leonardo Xediek Consani**

3º Examinador: **Prof. Dr. Ana Claudia Pavarina**

Araraquara, 25 de março de 2009.

Dados Curriculares

Carlos Eduardo Leão Lombardo

Nascimento: 04/05/1984 – Araraquara – SP

Filiação: José Geraldo Lombardo

Lígia de Souza Leão Lombardo

2003 - 2006: Curso de Graduação - Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

2007 - 2009: Curso de Pós-Graduação em Odontologia, nível mestrado - Reabilitação Oral (Área de Prótese), na Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

Dedicatória

A Deus, por ter me dado sabedoria e discernimento em mais uma etapa da minha vida.

“...porque Deus é o que opera em vós tanto o querer como o efetuar, segundo a sua boa vontade. Fazei todas as coisas sem murmurações nem contendas; para que sejais irrepreensíveis e sinceros, filhos de Deus inculpáveis no meio duma geração corrompida e perversa, entre a qual resplandeceis como astros no mundo; retendo a palavra da vida, para que, no Dia de Cristo, possa gloriar-me de não ter corrido nem trabalhado em vão.”

Filipenses 2.13-16

*Ao meu pai (in memoriam) **José Geraldo Lombardo**, pela honestidade e dedicação profissional e familiar, por ser responsável pela minha formação. Minha eterna gratidão.*

*À minha mãe, **Ligia de Souza Leão Lombardo**, pela dedicação e compreensão, grande incentivadora e guerreira para que mais uma etapa se cumprisse em minha vida.*

*Aos meus irmãos **Ligia Cristina, Geraldo Henrique, Raquel** e à minha sobrinha **Laura**, pelo incentivo, companheirismo e confiança em mim depositados.*

*Ao **Pr. Donisete Corrêa**, pela amizade e auxílio espiritual concedidos a mim durante a realização desta etapa.*

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Carlos Eduardo Vergani,

pela minha formação acadêmica, pela

credibilidade e amizade, pelo profissionalismo e

pelos ensinamentos e oportunidades concedidos.

Meus sinceros agradecimentos.

Ao Prof. Sebastião Vicente Canevarolo Júnior, pelo auxílio, pela orientação, compreensão, dedicação e amizade. Meus sinceros agradecimentos.

Ao Prof. José Maurício dos Santos Nunes Reis, pela amizade, paciência, dedicação, pelos ensinamentos e conselhos. Meus sinceros agradecimentos.

Às professoras da Disciplina de Prótese Parcial Removível Ana Lúcia Machado, Eunice Teresinha Giampaolo e Ana Cláudia Pavarina, pela amizade e pela contribuição na elaboração deste trabalho.

Aos colegas do Programa de Pós-Graduação, Ana Paula, Angela, Fabiane, Carol, Camila, Ana Lúcia, Flavia Medeiros, Flavia Zardo, Tatiane, Fernanda, Cristiane, Patrícia, André, Antônio, Rodrigo.

Aos meus inesquecíveis amigos Paula Sanitá, Ewerton, Daniela, Livia, Juliê, Marcelo, Alejandro, Joao Gustavo, Luciano

Rafael Freitas, João Antonio, pelo incentivo e pelos momentos de alegria compartilhados.

Aos funcionários do Departamento de Polímeros da Engenharia de Materiais (DEMA) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), pela convivência maravilhosa, pelo ensinamento e disponibilidade concedidos a mim durante esta fase.

Aos funcionários e professores do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, pela convivência maravilhosa e pela ajuda sempre que necessária.

Aos funcionários da secretaria da Seção de Pós-Graduação, em especial à secretária Mara.

Aos funcionários da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Araraquara, pela amizade, orientação e disponibilidade.

Ao Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral, pela contribuição em minha formação profissional e pela oportunidade de realizar o curso de Pós-Graduação em nível de Mestrado.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo auxílio financeiro para a realização deste trabalho.

E a todos que indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

Sumário

<i>Resumo</i>	09
<i>Abstract</i>	12
<i>1 Introdução</i>	15
<i>2 Revisão da Literatura</i>	19
<i>3 Proposição</i>	57
<i>4 Material e Método</i>	59
<i>5 Resultado</i>	81
<i>6 Discussão</i>	98
<i>7 Conclusão</i>	108
<i>8 Referências</i>	110
<i>9 Apêndice</i>	117

Resumo

A decorative graphic consisting of four overlapping bell-shaped curves in red, blue, purple, and green, positioned to the right of the word 'Resumo'. A thin horizontal line extends from the left edge of the curves across the page.

Lombardo CEL. Efeito da irradiação por microondas sobre as propriedades viscoelásticas de resinas para base de prótese e reembasamento [dissertação mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2009.

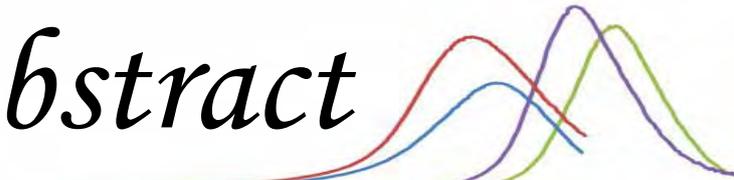
Resumo

Este estudo avaliou o efeito da irradiação por microondas e da armazenagem em água sobre as propriedades viscoelásticas de duas resinas para base de prótese (Lucitone 550- L e Vipi Wave- VW) e duas resinas para reembasamento imediato (Kooliner- K e Tokuyama Rebase Fast II- TR II). Oito corpos-de-prova (40 x 10 x 3,3 mm) de cada material foram avaliados por meio de análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) após: acabamento (controle 1), armazenagem em água por 7 dias (controle 2), um (MW1) e 7 ciclos de irradiação por microondas (MW7). Para cada corpo-de-prova, ciclos de DMTA foram realizados dentro de intervalos de temperatura diferentes. Os valores do módulo de armazenamento (E') e de amortecimento mecânico ($\tan \delta$) a 37°C foram obtidos no primeiro e último ciclos de DMTA. A partir do último ciclo, os valores de E' na temperatura de transição vítrea (T_g) e o máximo de $\tan \delta$ também foram obtidos. Os dados foram submetidos à análise de variância a dois critérios e ao teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha=0,05$). Além disso, mensurações de temperatura no interior de corpos-de-prova de cada material, durante a irradiação por microondas (650 W/ 3 min), foram realizadas por meio da utilização de sensor de fibra óptica. Seis corpos-de-prova de cada material foram avaliados. Durante a

irradiação por microondas, todos os corpos-de-prova atingiram a temperatura de ebulição da água em aproximadamente 130 s. A partir do primeiro ciclo de DMTA, MW 1 e controle 2 aumentaram significativamente os valores de E' e reduziram os valores de $\tan \delta$ de K a 37°C ($P<0,05$). No último ciclo de DMTA, o $\tan \delta$ de K e TR II foi significativamente reduzido após MW1 ($P<0,05$). MW7 reduziu os valores de $\tan \delta$ de K ($P<0,05$). Os valores de E' de L e VW foram semelhantes entre si e superiores aqueles produzidos por K e TR II ($P<0,05$). Na T_g , K produziu o menor E' e seu máximo de $\tan \delta$ foi aumentado após MW1 ($P<0,05$). Os valores médios da T_g foram ordenados como: L>VW>TR II>K ($P<0,05$). A irradiação por microondas e a armazenagem em água não comprometeram as propriedades viscoelásticas das resinas para base de prótese e reembasamento.

Palavras-chave: Resinas acrílicas, temperatura de transição, desinfecção, microondas.

Abstract

The word "Abstract" is written in a black, italicized serif font. To its right, there are four overlapping bell-shaped curves. From left to right, the curves are colored red, blue, purple, and green. Each curve is slightly taller and narrower than the one to its left, and they are all positioned on a common horizontal baseline.

Lombardo CEL. Effect of microwave irradiation on the viscoelastic properties of denture base and relined acrylic resins [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2009.

Abstract

This study evaluated the effect of microwave irradiation and water storage on the viscoelastic properties of two denture base resins (Lucitone 550-L and Vipi Wave-VW) and two relined resins (Kooliner-K and Tokuyama Rebase Fast II-TR II). Eight specimens (40x10x3.3mm) of each material were evaluated by dynamic mechanical thermal analysis (DMTA) after: processing, water storage for 7 days (WS), one (MW1) and 7 cycles of microwave irradiation (MW7). For each specimen, DMTA runs were carried out within different temperature intervals. Values of storage modulus (E') and loss tangent ($\tan \delta$) at 37°C were obtained from the first and last runs. From the last run, values of E' at the glass transition temperature (T_g) and maximum $\tan \delta$ were also recorded. Data were analyzed by 2-way ANOVA followed by Student-Newman-Keuls test ($\alpha=0.05$). In addition, measurements of the inside temperature of each specimen during microwave irradiation (650W/3min) were conducted using a fiber optic temperature sensor. Six specimens of each material were evaluated. During microwave irradiation, all specimens reached the boiling temperature of water at approximately 130 s. From the first DMTA run, MW1 and WS significantly increased the E' and decreased the $\tan \delta$ of K at 37°C ($P<0.05$). From the last run, the $\tan \delta$ of K and TR II was significantly decreased after MW1

($P < 0.05$). MW7 decreased the $\tan \delta$ of K ($P < 0.05$). The E' of L and VW was similar and higher than K and TR II ($P < 0.05$). At T_g , K produced the lowest E' and its maximum $\tan \delta$ was increased after MW1 ($P < 0.05$). The T_g mean values were arranged as: L > VW > TR II > K ($P < 0.05$). Microwave irradiation and WS did not detrimentally affect the viscoelastic properties of the denture base and relines resins evaluated.

Keywords: Acrylic resins, transition temperature, disinfection, microwave.

Introdução

A decorative graphic consisting of several overlapping, smooth, wavy lines in various colors (red, blue, purple, green) that extend from the right side of the word 'Introdução'.

1 Introdução

A utilização de próteses pode alterar a microbiota bucal tanto quantitativa como qualitativamente, expondo o paciente a maior risco de inflamação da mucosa bucal. Deste modo, a higienização adequada da cavidade bucal e das próteses, intactas ou reembasadas, exerce função essencial na manutenção da saúde bucal dos pacientes. A irradiação de bases de prótese, intactas e reembasadas, por microondas tem sido recomendada como um método de desinfecção alternativo para evitar a contaminação cruzada^{22,31,36}, tendo sido demonstrada sua eficiência no tratamento de pacientes com estomatite protética²¹. Em estudos preliminares, a irradiação por microondas a 650 W por 6 minutos²² demonstrou ser efetiva na inativação de quatro microorganismos considerados como indicadores na avaliação de métodos de esterilização e desinfecção (*Pseudomonas aeruginosa*, *Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus* e *Candida albicans*), após os dois períodos de incubação utilizados (48 horas e 7 dias)^{22,31}.

Durante a realização da desinfecção por microondas, as resinas acrílicas são imersas em 200 mL de água^{22,31,36}, e, dependendo da potência e da frequência de irradiação utilizada, a temperatura de ebulição da água pode ser atingida num período entre 1 e 2 minutos²². Apesar de não haver relatos na literatura sobre a mensuração da temperatura no interior dos polímeros, quando submetidos à irradiação por microondas, é possível que a temperatura de transição vítrea (*Tg*) das resinas acrílicas possa ser atingida durante o processo de irradiação, resultando em maior mobilidade da cadeia molecular¹³. Tem sido

demonstrado que o aquecimento gerado durante a irradiação por microondas pode aumentar a contração de resinas acrílicas^{10,32} e acelerar os processos de sorção de água e solubilidade desses materiais³³. Tem sido relatada, ainda, a redução da resistência à flexão de duas resinas para reembasamento imediato, após desinfecção por microondas durante 6 minutos²⁴. Dessa forma, outros estudos foram realizados^{18,31} com o objetivo de avaliar a efetividade da irradiação por microondas utilizando tempos reduzidos, limitando, assim, os efeitos indesejáveis sobre a estabilidade dimensional e propriedades mecânicas das bases de prótese. Em ambos os estudos, menor tempo de exposição (3 minutos) a 650 W foi efetivo para esterilizar corpos-de-prova contaminados por *Pseudomonas aeruginosa*, *Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus* e diferentes espécies de *Candida*. Entretanto, apesar desse tempo de irradiação ter sido eficiente no processo de esterilização, possíveis efeitos deletérios sobre as propriedades físico-mecânicas e viscoelásticas dos materiais que compõem as próteses devem, ainda, ser avaliados.

A análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) é um dos métodos mais sensíveis para estudar o comportamento dos polímeros e tem sido utilizada para caracterização das propriedades viscoelásticas de materiais odontológicos^{7,8,13,26,48}. Essa técnica fornece informações a respeito do módulo de armazenamento ou elástico (E'), do módulo de perda ou dissipação viscosa (E'') e do amortecimento mecânico ou atrito interno ($\tan\delta = E'' / E'$) de um material, quando sujeito a uma deformação dinâmica (dentro do seu limite elástico), com frequência, deflexão e taxa de aquecimento pré-estabelecidos^{7,48}. O módulo de armazenamento de energia ou elástico (E') determina a rigidez do material e

depende da habilidade do mesmo em armazenar energia mecânica durante a deformação aplicada. Por outro lado, o módulo de dissipação viscosa esta associado à energia absorvida durante a deformação dinâmica e o amortecimento mecânico ($\tan \delta = E''/ E'$), representado pela relação entre os dois módulos, corresponde à medida da fração de energia perdida^{6,7}. O pico das curvas de $\tan \delta$ corresponde a T_g que é a temperatura na qual as cadeias poliméricas podem se movimentar relativamente mais livres, variando de uma condição vítrea, com limitação da mobilidade, para uma condição de maior mobilidade^{48,23}. A partir dessas propriedades, eventuais efeitos deletérios da irradiação por microondas sobre as resinas para base de prótese e reembasamento podem ser identificados.

Com base nas informações descritas anteriormente, julgou-se oportuno avaliar o efeito da irradiação por microondas sobre as propriedades viscoelásticas de resinas para base de prótese e reembasamento. A variação de temperatura no interior das resinas durante a irradiação por microondas também foi analisada.

*Revisão da
Literatura*



2 Revisão da Literatura

Ruyter, Svendsen²⁹, em 1980, compararam o comportamento mecânico de resinas acrílicas termicamente e quimicamente ativadas por meio de ensaios de resistência à flexão, avaliando, ainda, os efeitos de diferentes condições de temperatura e umidade durante os ensaios. Os corpos-de-prova foram testados a seco ou imersos em banho de água, variando a temperatura da água. Além disso, a influência de agentes de ligação sobre a resistência à flexão dos materiais também foi avaliada. Nas resinas termicamente ativadas não houve diferença significativa entre a resistência à flexão produzida pelos materiais que apresentavam agente de ligação cruzada etileno glicol dimetacrilato (EGDMA) ou 1,4 butanodiol dimetacrilato (1,4-BDMA). Segundo os autores, a presença de agentes de ligação cruzada promove, após a polimerização, a presença de grupos pendentos de metacrilato que apresentam efeito plastificante sobre os materiais. Tendo em vista que o aumento da temperatura de polimerização proporciona maior grau de conversão do monômero em polímero, as resinas termicamente ativadas provavelmente exibiram menores níveis de grupos pendentos de metacrilato, reduzindo seu efeito sobre a resistência flexural. Entretanto, as resinas quimicamente ativadas que apresentavam 1,4 BDMA produziram valores de resistência à flexão superiores aos observados para os materiais contendo EGDMA. Segundo os autores, no agente de ligação cruzada 1,4 BDMA, os grupos metacrilato apresentam-se mais distantes entre si em comparação com o EGDMA, tornando-os mais reativos. Assim, nas resinas acrílicas compostas por

1,4 BDMA, um menor nível de grupos pendentes de metacrilato deve ter ocorrido, resultando em menor efeito plastificante durante os testes de resistência à flexão. Foi observado, ainda, que as resinas produziram propriedades flexurais inferiores quando os testes de resistência à flexão foram realizados com os corpos-de-prova imersos em água, particularmente em temperaturas mais elevadas.

No mesmo ano, Ruyter, Øysaed²⁸, realizaram um estudo com o objetivo de determinar os monômeros residuais presentes em resinas termicamente ativadas, quimicamente ativadas e fluidas. Após a confecção dos corpos-de-prova (50 x 1,0 x 1,0 mm), a mensuração da quantidade de monômero residual foi realizada por meio da utilização de cromatografia líquida de alta eficiência. As resinas termicamente ativadas exibiram os menores níveis de monômero residual. Segundo os autores, o tempo de polimerização das resinas ativadas termicamente, entre 30 a 45 min, possibilita a penetração do monômero metil metacrilato e do agente de ligação cruzada etilenoglicol dimetacrilato no polímero, favorecendo a formação de uma rede de ligação cruzada. Entretanto, se apenas um dos dois grupos metacrilato do agente de ligação cruzada reagir, haverá presença de grupos metacrilato livres, que poderão atuar como plastificantes.

O efeito do conteúdo de monômero residual sobre as propriedades viscoelásticas de resinas acrílicas foi analisado por Inoue et al.¹⁴, em 1983. As resinas Acron (termicamente ativada); Repairsin (quimicamente ativada); Cast

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

Ferracane, Greener⁹, em 1986, determinaram o efeito de diferentes formulações de resinas acrílicas sobre o grau de conversão e as propriedades mecânicas dos materiais. Para isso, a concentração do diluente, o tipo e concentração do catalisador das resinas foram variados. As resistências à tração, compressão, flexão, dureza e as propriedades dinâmico-mecânicas foram avaliadas tendo sido os resultados correlacionados ao grau de conversão obtido por análise de infravermelho. Houve correlação significativa entre o aumento das propriedades mecânicas e o grau de conversão. O alto grau conversão foi atingido pela incorporação de alta concentração de diluente e baixa concentração de inibidores nas resinas. As propriedades mecânicas na temperatura ambiente foram semelhantemente aumentadas com o aumento na concentração de inibidores, mas não foram aumentadas pela alta concentração de diluente. As propriedades dinâmico-mecânicas avaliadas na temperatura da cavidade bucal e em temperaturas elevadas demonstraram possíveis diferenças na qualidade da microestrutura da cadeia polimérica. O módulo de armazenamento (E') reduziu durante a variação da temperatura e foi menor em resinas com menor grau de conversão. A temperatura de transição vítrea (T_g) também foi menor em resinas com menor grau de conversão. As propriedades dinâmico-mecânicas foram diretamente correlacionadas ao grau de conversão dos sistemas poliméricos avaliados.

A temperatura de transição vítrea (T_g) de resinas acrílicas quimicamente ativadas e termicamente ativadas foi determinada por Huggett et

al.¹³ em 1990, por meio de calorimetria exploratória diferencial (DSC), análise termo-mecânica (TMA) e análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA). Cinco corpos-de-prova (60 x 11 x 2,0 mm) de cada material foram utilizados para a DMTA, por meio de tensões de flexão, frequência de 1,0 Hz, faixa de temperatura de 0 a 150°C e velocidade de aquecimento de 4°C/ min. Curvas do módulo de armazenamento (E') e módulo de perda (E'') foram analisadas em função da temperatura. A média da T_g dos materiais, obtidas pelos diferentes testes realizados foi comparada. O teste de DMTA detectou dois picos de temperatura para um material termicamente ativado, enquanto TMA e DSC detectaram somente um. A média do maior pico de T_g variou entre 97 a 130°C. Os autores concluíram que as técnicas de TMA e DMTA utilizadas apresentaram valores de T_g similares para os materiais avaliados e, portanto, deveriam ser utilizadas como padrão para avaliação da T_g de resinas de base de prótese. A presença de monômero residual no material polimerizado sem ciclo terminal de ebulição pode atuar como plastificante da cadeia polimérica, promovendo transições aparentes em temperaturas mais baixas.

Oysaed²³, em 1990, avaliou a influência da quantidade de diferentes tipos de agente de ligação cruzada sobre as propriedades térmicas dinâmico-mecânicas de sistemas acrílicos polifásicos. Corpos-de-prova (60 x 10 x 2,0 mm) foram confeccionados com proporções diferentes de metilmetacrilato (MMA) no pó e agentes de ligação cruzada dimetacrilato no líquido (etileno glicol

dimetacrilato- EGDMA; 1,3-propanodiol dimetacrilato- PDMA; 1,4-butanodiol dimetacrilato- BDMA; dietileno glicol dimetacrilato- DEGDMA e trietileno glicol dimetacrilato- TEGDMA). Os agentes de ligação cruzada foram adicionados em: 1,25; 2,5; 5,0 e 10% em mol. Também foram confeccionados corpos-de-prova sem a presença do agente de ligação cruzada (controle). Duas condições de polimerização foram utilizadas: termopolimerização em água a $73\pm 1^{\circ}\text{C}$ por 90 min e em água fervente por 30 min; e autopolimerização por 2,0 min, mantendo os corpos-de-prova por 30 min a 45°C sob pressão de 220 KPa. Os corpos-de-prova foram armazenados a $22\pm 1^{\circ}\text{C}$ durante uma semana previamente aos testes.

A análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) foi realizada por meio de tensões de torção para determinação do módulo de armazenamento (G'), módulo de dissipação viscosa (G'') e amortecimento mecânico ($\tan \delta$). Para isso, foi utilizada faixa de temperatura entre -60 e 140°C , com velocidade de aquecimento de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$, nas frequências de 0,1; 1,0; 10 e 100 rad/s. O aumento da quantidade de agente de ligação cruzada aumentou os valores de G' e da T_g somente nos materiais quimicamente ativados. Nos materiais termicamente ativados, os picos de $\tan \delta$ alargaram com a adição de 10% de agente de ligação cruzada. A T_g do PMMA termicamente ativado variou de 120 a 133°C e do quimicamente ativado de 93 a 130°C com o aumento da frequência. Com a utilização de 1,0 Hz de frequência, a T_g do material termicamente ativado (123°C) foi maior em relação à T_g do material quimicamente ativado (110°C). O autor concluiu que o aumento da quantidade de agente de ligação cruzada aumenta a T_g do material, limitando a

movimentação da cadeia polimérica. Um dos fatores que diminui a T_g é a incorporação de plastificantes e monômeros residuais. Os grupos de metacrilato pendentos (GMP) aumentam em função do alto conteúdo de agente de ligação cruzada. O GMP atua como plastificante diminuindo a T_g . Portanto, o aumento de agente de ligação cruzada e de GMP faz o pico de $\tan \delta$ alargar-se, não aumentando a T_g (como ocorrido nos materiais termicamente ativados). A T_g será maior com o aumento do peso molecular da cadeia polimérica e da frequência. O alto conteúdo de monômero residual age como plastificante nos materiais quimicamente ativados (2,3 w%) em comparação aos materiais termicamente ativados (0,6 w%), devendo resultar na diminuição da T_g .

Em 1992, Harrison, Huggett¹² avaliaram 23 resinas e 11 métodos de processamento por meio de cromatografia gás-líquida de alta eficiência. Os resultados demonstraram alta variação (0,56% a 18,46%) entre os níveis de monômero residual produzidos pelos diferentes métodos de polimerização. Esses resultados foram influenciados pelos ciclos mais curtos de polimerização e por aqueles realizados à baixa temperatura (60°C), proporcionando os maiores níveis de monômero residual. Porém, quando as muflas eram imersas em água aquecida a 70°C por um período de 7 h, seguida de um aquecimento a 100°C por uma hora, essa variação foi significativamente reduzida, produzindo níveis de monômero residual entre 0,54% e 1,08%. Segundo os autores, a diferença no conteúdo de

monômero residual deve estar associada às variações na quantidade de peróxido de benzoíla no pó e do ativador químico no líquido das resinas acrílicas avaliadas.

Em 1994, Tamareselvy, Rueggeberg³⁹ examinaram o efeito da variação da proporção de agente ligação cruzada sobre as propriedades térmicas dinâmico-mecânicas dos dois copolímeros. Foi avaliado o efeito do comprimento molecular da ramificação dos monômeros sobre a mobilidade do segmento na temperatura de transição vítrea (T_g). Duas resinas diferentes (metil metacrilato- MMA e 2-etoxi-etil-metacrilato- EEM) foram adicionadas a varias frações molares (0, 5, 10, 20, 40, 60, 80 e 100%) de agente de ligação cruzada trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA), resultando em dois copolímeros diferentes (TMMA e TEEM). Os copolímeros foram termicamente ativados a 100°C por 1 h e 120°C por 2 h. Três corpos-de-prova (45 x 8,0 x 1,0 mm) para cada condição experimental foram confeccionados. Após o armazenamento a seco, a análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA) foi realizada no modo de flexão, em uma faixa de temperatura de -100 a 220°C, na freqüência de 1 Hz. Um corpo-de-prova do copolímero TEEM com 80% de TEGDMA foi submetido à DMTA com freqüência variada (0,01; 0,1; e 2,0 Hz) para avaliar o efeito da freqüência sobre os valores de T_g . As curvas do módulo de armazenamento (E') e do módulo de perda (E'') foram plotadas e os módulos analisados na temperatura de 30°C. A T_g foi determinada por meio dos picos das curvas de E'' e da tangente de perda ($\tan \delta$). A análise estatística aplicada foi ANOVA (one-way) e o teste de Tukey-

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

As propriedades de resistência à flexão, sorção de água e solubilidade das resinas para reembasamento Rebaron, Tokuso Rebase, Mild, Metabase, Kooliner, New Truliner e da resina para base de prótese Acron foram avaliadas por Arima et al.³, em 1995. Dos seis materiais para reembasamento avaliados, quatro apresentavam agentes de ligação cruzada. Corpos-de-prova para

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

O objetivo do estudo realizado por Vallittu et al.,⁴⁴ em 1995, foi avaliar o conteúdo de monômero residual de uma resina quimicamente ativada e de uma termicamente ativada, bem como sua liberação após armazenagem em água. Para isso, corpos-de-prova (50 x 4,0 x 2,0 mm) foram confeccionados com os materiais Pro Base Hot (termicamente ativado) e Pro Base Cold (quimicamente ativado) e armazenados em água à temperatura de 22°C ou 37°C por períodos de 1 a 60 dias. Após esses períodos, a mensuração do conteúdo de monômero residual foi realizada por meio de cromatografia líquida de alta eficiência. De acordo com os resultados, a resina quimicamente ativada apresentou conteúdo de monômero residual significativamente maior em comparação à resina termicamente ativada. O conteúdo de monômero residual liberado foi amplamente reduzido durante o primeiro dia, principalmente quando as amostras foram armazenadas a 37°C. Além disso, a quantidade de monômero liberado pela resina ativada quimicamente foi significativamente superior à liberada pela resina termicamente ativada, o que poderia ser explicado pela maior porosidade desse material, facilitando o processo de difusão de monômero residual em água. Os autores sugerem a armazenagem das próteses em água à temperatura de 37°C por um período entre um e dois dias, previamente à sua instalação. Desse modo, a quantidade de monômero residual na base das próteses bem como na saliva seria diminuída.

O objetivo do estudo realizado por Vallittu⁴³, em 1996, foi avaliar o efeito de tratamento superficial na liberação de monômero na água de uma resina

acrílica para reembasamento (Pro Base Cold). Além disso, o conteúdo de MMA residual foi avaliado por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE). Foram analisados três grupos experimentais: G1 - superfícies não tratadas, G2 – superfícies polidas da maneira convencional com roda de pano e G3 – aplicação de resina fotoativada sobre as superfícies (Palaseal, por 90 s). Os resultados demonstraram que o MMA liberado na água foi maior no grupo G1 (821 ppm) e menor no G3 (30 ppm). O conteúdo residual de MMA foi praticamente o mesmo nas amostras dos grupos G1 e G2 (6,9 e 6,7%) e menor nas do grupo G3 (4,8%). A temperatura produzida nos corpos-de-prova, durante o tratamento superficial, também foi mensurada, tendo atingido 75°C para o revestimento com resina e 52,6°C para o polimento com roda de pano. Este estudo demonstrou que o polimento poderia reduzir a quantidade liberada de MMA residual e essa redução, provavelmente, foi causada pela diminuição na difusão superficial. A aplicação de resina fotoativada sobre a superfície das amostras reduziu efetivamente a liberação de MMA devido à formação de uma barreira contra a difusão. Entretanto, esse não foi o único mecanismo envolvido na redução. O peróxido de benzoíla, como iniciador da polimerização, formaria radicais livres que iniciariam a reação em temperaturas superiores a 70°C. Conseqüentemente, devido à temperatura ter atingido 75°C, a quantidade de MMA foi menor nas amostras tratadas superficialmente com a resina fotoativada, demonstrando que a redução da liberação observada nas amostras revestidas foi causada tanto pela barreira contrária à difusão como pela polimerização do MMA residual.

No mesmo ano, Saber-Sheikh et al.³⁰, investigaram as alterações nas propriedades viscoelásticas de reembasadores resilientes após armazenagem em água por períodos de até um ano. Seis reembasadores comerciais do tipo “soft” foram utilizados para realizar os testes de sorção de água e a análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA). Vinte e um corpos-de-prova (2,0 x 7,0 mm) de cada material foram confeccionados e divididos em 7 grupos. DMTA foi realizada no modo de tração/compressão dos corpos-de-prova, com deformação constante de 0,5 %, na frequência de 1,0 Hz. A faixa de temperatura de 15 a 60°C com taxa de aquecimento de 5°C/min foi selecionada. Os testes foram realizados em um grupo a seco (controle) e também em grupos armazenados em água a 37°C por períodos de até 12 meses. Os módulos de armazenamento (E') e amortecimento ($\tan \delta$) dos materiais, a 37 °C, foram determinados. A sorção de água dos reembasadores resilientes variou de -4,39% a 48,57%, e suas solubilidades variaram de 0,13 a 13,58%. O reembasador do tipo metacrilato (31% de plastificante) tornou-se rígido após o período de 12 meses de imersão (5,87 a 72,3 MPa), devido à extração do plastificante e sua baixa absorção de água (-4,39%). O material do tipo silicone sofreu redução de E' (3,52 a 0,242 MPa) devido à excessiva absorção de água (48,57 %). Após a armazenagem em água houve aumento de $\tan \delta$ em alguns materiais, indicando o efeito plastificante da água na matriz dos polímeros. O metacrilato (com menor quantidade de plastificante) provou ser mais estável em água em relação aos reembasadores com 31% de plastificante e o experimental. Segundo os autores, os polímeros armazenados em água sofrem um processo de difusão, onde o plastificante presente no polímero é difundido para o meio aquoso

e a água é absorvida para o interior do polímero até o equilíbrio ser atingido. Dependendo do tipo de material e do tempo de armazenamento, a quantidade de plastificante extraída pode ser maior ou menor do que a quantidade de absorção de água. Em materiais rígidos, a quantidade de absorção de água tende a ser menor em relação a um material flexível, pois as forças elásticas da matriz polimérica se opõem ao aumento de moléculas de água no interior dos mesmos.

Os módulos de elasticidade estático e dinâmico de 4 resinas compostas fotopolimerizáveis, foram analisadas por Jacobsen, Darr¹⁶ em 1997. Corpos-de-prova (2,0 x 2,0 x 25 mm) foram confeccionados e separados aleatoriamente em 3 grupos: polimerização por 40 segundos em ambas as faces, polimerização em apenas uma face e polimerização complementada em forno. Os materiais foram armazenados em água destilada a 37 °C e testados após períodos de 24 h, 7 dias, 28 dias e 3 meses. O teste estático foi determinado por meio de flexão em 3 pontos, com aplicação de carga constante e velocidade de $0,75 \pm 0,25$ mm/ min. A análise térmica dinâmico- mecânica (DMTA) foi realizada na frequência de 2,0 Hz, com deformação de 36 µm pico a pico (dentro do limite de elasticidade dos materiais). A faixa de temperatura utilizada partiu da temperatura ambiente até 160°C, com velocidade de aquecimento de 3°C/ min. Ao término do primeiro ciclo de DMTA, os corpos-de-prova foram esfriados naturalmente e armazenados em água a 23°C. Posteriormente, um segundo ciclo foi repetido. Os valores do módulo de armazenamento (E') e da temperatura de transição vítrea

(T_g) a 37°C foram coletados para ambos os ciclos. A análise de variância seguido do teste t-Student foram utilizados para comparação entre grupos. Os resultados demonstraram que os valores do módulo dinâmico foram maiores do que o módulo estático, devido à alta taxa de deformação aplicada no DMTA. No primeiro ciclo de DMTA, a maioria dos grupos variou a T_g entre 80 a 120°C . No segundo ciclo, a T_g aumentou aproximadamente 20°C . Os valores de E' (GPa) aumentaram de 20 a 25% para todos os materiais analisados após o primeiro ciclo. A polimerização em ambas as faces dos materiais aumentou os valores de E' , indicando maior rigidez dos materiais. Os autores concluíram que na DMTA existem três efeitos atuando simultaneamente nos materiais: pós-polimerização, sorção e solubilidade. A elevada temperatura induz a pós-polimerização do material analisado e a magnitude disso depende da eficiência da conversão original (quanto maior a conversão inicial, menor será o efeito da pós-polimerização). A água absorvida atua como plastificante e, com o passar do tempo, os valores de E' tendem a diminuir e o plastificante do próprio material tende a ser perdido para a água. Um material com pouca conversão inicial absorve mais água e sofre mais o efeito de pós-polimerização. A aplicação de dois ciclos de DMTA foi favorável, fazendo com que o primeiro induza o efeito de pós-polimerização e desidratação do material. Dessa forma, o segundo ciclo demonstra melhor a consequência da conversão incompleta dos corpos-de-prova confeccionados (quanto menor o aumento de E' e da T_g , melhor será a conversão inicial). Os materiais polimerizados por calor e pressão obtiveram maior

conversão inicial. A DMTA mostrou ser um método eficiente para a caracterização dos materiais poliméricos.

O efeito da sorção de água sobre a resistência à deformação plástica de um polímero para base de prótese (Acron), reembasado com 4 materiais para reembasamento, foi avaliado por Takahashi et al.³⁷ em 1998. Duas resinas fotoativadas (Triad e Rebaron LC) e duas quimicamente ativadas (Tokuso Rebase e Rebaron) para reembasamento foram selecionadas para esse estudo. Corpos-de-prova da resina para base de prótese, com espessura 2,0 ou 1,0 mm foram reembasados com 0,5 mm e 1,5 mm de espessura, respectivamente. O reembasamento foi realizado após 2 períodos de armazenagem em água (24 h e 30 dias) e testados após 24 h e 30 dias. Foram confeccionados 6 corpos-de-prova (65 x 10 x 2,5 mm) para cada grupo, a partir de moldes de gesso. Seis corpos-de-prova intactos de cada material foram confeccionados e avaliados após imersão em água por 24 h e 30 dias como propósito de comparação. As amostras reembasadas exibiram, em sua maioria, limite proporcional inferior quando o tempo de imersão e a espessura de material reembasador foram aumentados. O efeito plastificante das moléculas de água absorvidas explica o decréscimo no limite proporcional das amostras dos materiais reembasadores. A ausência de efeito da armazenagem em água sobre algumas amostras foi explicada pela sorção de água pela resina de base, obtendo-se um equilíbrio após um período de imersão. Além disso, a resistência de alguns materiais reembasadores (Rebaron LC, Tokuso Rebase e Rebaron) pode ter contribuído para os resultados obtidos

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

No mesmo ano, Vallittu et al.⁴⁵ avaliaram o efeito da temperatura e do tempo de polimerização sobre o conteúdo de monômero residual de duas resinas termicamente ativadas e duas resinas quimicamente ativadas. Para as resinas termicamente ativadas foram utilizados os seguintes ciclos de polimerização: 1 - 70°C por 9 h, 2 - 70°C por 90 min, seguido de ciclo adicional a 100°C, variando-se o tempo de polimerização (30, 60, 120, 180, 360, 720 ou 1440 min) e 3 - somente a 100°C por um período de 15, 20, 30, 40, 60, 90, 120, 180, 360, 720 ou 1440 min. As resinas quimicamente ativadas foram polimerizadas sob pressão de 300 KPa e, em seguida, os corpos-de-prova foram submetidos ao banho em água à temperaturas de 30, 40, 50, 55 ou 60°C por 15 min. As análises cromatográficas demonstraram maior conteúdo de monômero residual nas resinas quimicamente ativadas em relação às resinas termicamente ativadas. De acordo com os autores, foi observada redução significativa na porcentagem de monômero residual quando as duas resinas quimicamente ativadas foram polimerizadas em temperaturas de 50°C a 60°C. Segundo os autores, esses resultados estariam

relacionados à baixa temperatura de transição vítrea (T_g) das resinas quimicamente ativadas, o que permite maior mobilidade das moléculas de monômero residual nas cadeias de polímero formadas durante o processo de polimerização em temperatura igual ou acima de 50°C. Quando as resinas termicamente ativadas foram polimerizadas exclusivamente a 100°C, os níveis de monômero residual foram reduzidos com o aumento do tempo de polimerização. Além disso, diferentes níveis de monômero residual foram observados entre os materiais. Foi observado, ainda, que uma das resinas apresentava amina aromática terciária como parte do sistema de ativação em sua composição, produzindo uma reação de polimerização mais rápida. Conseqüentemente, houve maior elevação na temperatura de polimerização, resultando em corpos-de-prova com níveis mais baixos de monômero residual.

Blagojevic, Murphy⁵, em 1999, compararam algumas propriedades de um homopolímero (sem copolímeros e agentes de ligação cruzada) com 3 resinas para base de próteses. As resinas avaliadas foram TS 1195 (homopolímero), Acron MC (para polimerização em microondas), Biocryl NR (termicamente ativada convencional) e Croform (utilizada para reembasamento e reparo). Os materiais TS 1195, Acron MC e Biocryl NR foram polimerizados em dois ciclos: 3 min a 600 W, em forno de microondas, e em água por 14 h a 70°C, seguido por 3 h a 100°C. Para a resina Croform foi realizada a polimerização química e, também, a ativação química seguida pelo ciclo de microondas. A

polimerização em microondas reduziu a dureza das resinas TS 1195 e Acron MC e aumentou a resistência ao impacto da resina Acron MC. A polimerização convencional aumentou o módulo de elasticidade das resinas TS 1195 e Acron MC, aumentou a temperatura de transição vítrea (T_g) e diminuiu o conteúdo de monômero residual das resinas TS 1195 (de 0,75 para 0,33%), Acron MC (de 0,63 para 0,23%) e Biocryl NR (de 0,62 para 0,28%). As propriedades mecânicas da resina Biocryl NR foram semelhantes nos dois métodos. Para a resina Croform, a irradiação por microondas não alterou os valores de dureza, aumentou a resistência ao impacto e a T_g , diminuiu o módulo de elasticidade e reduziu quatro vezes o conteúdo de monômero residual (de 1,60 para 0,48%). Os autores relataram que a polimerização convencional aumentou o grau de polimerização, resultando em baixos níveis de monômero residual e aumento na T_g . Esses resultados foram atribuídos ao longo ciclo de polimerização, em particular, ao período de 3 h a 100°C.

A cromatografia líquida de alta eficiência foi utilizada por Shim, Watts³⁵, em 1999, para análise da concentração do monômero residual em resinas acrílicas para bases de próteses, após terem sido submetidas a ciclos adicionais de polimerização propostos para os condicionadores de tecido. Para o estudo, foram utilizados um ciclo curto (73°C por 90 min e elevado a 100°C por 30 min) e um ciclo longo (73°C por 9 h) de polimerização em corpos-de-prova de resinas para bases de próteses (Lucitone 199 e Trevalon), tendo sido esses corpos-de-prova considerados como controle. Para a simulação do efeito do ciclo de polimerização

empregado no reembasamento de bases de próteses, os corpos-de-prova foram submetidos a um dos ciclos de polimerização sugeridos anteriormente, armazenados e, após 24 h, expostos à temperatura de 100°C por 2 h, como sugerido pelo fabricante do condicionador de tecido Molloplast B. Os resultados demonstraram redução significativa na concentração de monômero residual nas duas resinas após terem sido submetidas à temperatura de 100°C por 2 h. A mais alta concentração de monômero residual foi obtida quando utilizado o ciclo longo de polimerização, sem a realização de um segundo ciclo de polimerização.

O efeito de diferentes períodos de imersão em água sobre a resistência à flexão de 4 resinas de base de próteses (Acron, Acron MC, Palapress e Triad) e 4 materiais reembasadores diretos (Triad, Rebaron LC, Tokuso Rebase e Rebaron) foi investigado por Takahashi et al.³⁸, em 1999. Para cada material, 50 corpos-de-prova eram obtidos por meio de moldes de gesso (65 mm x 10 mm x 2,5 mm), seguindo-se as instruções dos respectivos fabricantes. A resistência à flexão de 10 corpos-de-prova de cada material foi avaliada após 1 dia e 1, 2, 3 e 4 meses de armazenamento. Foi observado que, em seis dos oito materiais avaliados, a estabilização da resistência flexural ocorreu durante os primeiros 4 meses de armazenamento. As resinas Acron e Rebaron LC demonstraram estabilização entre 4 e 5 meses de armazenamento. A resistência da resina polimerizada por microondas Acron MC não demonstrou diferença ao longo dos períodos experimentais. Durante o primeiro mês de armazenamento, um aumento significativo na resistência flexural dos materiais reembasadores foi observado.

Segundo os autores, esses resultados estariam relacionados, parcialmente, à concentração relativa de moléculas de água, aos plastificantes e ao monômero residual que poderiam atuar sobre a resistência flexural dos materiais, após terem sido imersos em água. Possivelmente, as moléculas residuais do processo de polimerização apresentam maior efeito plastificante do que a água e a sua eliminação por difusão poderia ter favorecido o aumento na resistência dos materiais. Da mesma forma, os autores sugerem que um processo de polimerização continuada poderia ter contribuído para os resultados observados.

O efeito de diferentes condições de polimerização sobre os níveis de monômero residual, dureza e resistência ao impacto de resinas acrílicas polimerizadas por microondas foi avaliado por Azzarri et al.⁴, em 2003. As resinas foram polimerizadas em forno de microondas convencional por quatro condições diferentes de potência e tempo (200W/10 min; 500W por 10 e 5 min, e 800W/5 min). A temperatura no interior do forno de microondas foi mensurada por meio da utilização de termômetro de mercúrio imerso em 50 mL de água, utilizando-se as mesmas potências descritas. A liberação de monômero residual foi avaliada por meio de espectrometria em até 24 h. A análise de variância seguida do teste de Tukey foi utilizada para comparar os grupos estudados. Os resultados demonstraram que houve aumento da temperatura no interior do forno de microondas com o aumento da potência do forno de microondas, atingindo a temperatura de ebulição da água (100°C). Segundo os autores, um longo período de exposição às microondas poderia aumentar o grau de conversão, reduzindo a

quantidade de monômero residual na matriz polimérica e melhorando as propriedades mecânicas dos materiais. Quando as resinas são polimerizadas em água a 100°C, é possível aumentar o grau de conversão variando o tempo de polimerização em uma temperatura constante. O ciclo de polimerização das resinas polimerizadas por microondas não apresenta uma temperatura constante. Há aumento rápido na temperatura no início do ciclo, atingindo um pico e, em seguida, uma diminuição, podendo atingir picos entre 150 a 200°C dependendo das condições de tempo e potência.

As propriedades térmicas dinâmico-mecânicas de 6 resinas indicadas para base de prótese foram avaliadas e comparadas por Phoenix et al.,²⁶ em 2004. Além disso, os autores avaliaram outras propriedades como sorção de água, solubilidade, estabilidade de cor, adaptação, resistência à flexão e dureza. A calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise térmica dinâmico- mecânica foram utilizadas para definir a temperatura de transição vítrea (T_g). Para a DMTA, um corpo-de-prova de cada material (65 x 10 x 2,5 mm) foi confeccionado e armazenado em água a $37\pm 2^\circ\text{C}$ por 50 h. Durante a realização da análise, cada corpo-de-prova foi submetido à flexão em três pontos, com frequência de 1,0 Hz e velocidade de aquecimento de $5^\circ\text{C}/\text{min}$. Todos os materiais cumpriram com a especificação nº 12 da Associação Dentária Americana² para sorção de água, solubilidade e estabilidade de cor. As resinas polimerizadas por microondas promoveram melhores resultados de adaptação do que as resinas termicamente

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

Sideridou et al.³⁴, no ano de 2004, estudaram as características do coeficiente de expansão térmica de resinas compostas através da análise termomecânica (TMA). A temperatura de transição vítrea (T_g) dos materiais variou de 35 a 47°C. Segundo os autores, o coeficiente de expansão térmica das resinas pode ser afetado pela estrutura química da matriz polimérica. O aquecimento dos corpos-de-prova proporciona aumento da mobilidade das moléculas de monômero residual, que se encontram estacionados na matriz polimérica, aumentando assim, o grau de conversão. Como resultado, a T_g aumenta e o coeficiente de expansão térmica diminui. Após armazenagem dos corpos-de-prova em água destilada por 7 dias, TMA mostrou que a água presente no interior da matriz polimérica pode atuar como plastificante e reduzir a T_g , conseqüentemente o coeficiente de expansão térmica da resina é aumentando.

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

Pavarina et al.²⁴, em 2005, avaliaram o efeito da desinfecção em microondas sobre a resistência à flexão de cinco resinas quimicamente ativadas indicadas para reembasamento imediato (Kooliner- K, Duraliner II- D, Tokuso Rebase Fast- T, Ufi Gel Hard- U e New Truliner- N) e de uma resina termicamente ativada para base de prótese (Lucitone 550). Foram confeccionados 32 corpos-de-prova (64 x 10 x 3,3 mm) para cada material e divididos em quatro grupos experimentais com 8 cada. Os testes foram realizados após a polimerização dos materiais, após dois ciclos de desinfecção em microondas (650 W/ 6 min), após 7 dias de armazenagem em água destilada a 37±1 °C e após 7 ciclos de desinfecção em microondas (650 W/ 6 min), obtidos em dias

consecutivos.. O material T exibiu resistência à flexão superior àquela dos materiais K e U, que apresentaram resistência estatisticamente semelhante entre si e superior à do material N. Provavelmente a menor quantidade de monômero residual e a composição química (presença de agente de ligação cruzada) no material T influenciaram os seus resultados. A menor média de resistência à flexão foi produzida pelo material D, em função do alto nível de monômero residual. Após dois ciclos de desinfecção em microondas observou-se aumento na resistência à flexão dos materiais K e L. Os materiais K e N exibiram aumento na resistência à flexão após uma semana de irradiação em microondas. A resistência à flexão dos materiais U (após 2 e 7 ciclos) e D (após 7 ciclos) foi comprometida após os procedimentos de desinfecção utilizados. Por outro lado, a resistência à flexão do material T não foi alterada após os ciclos de desinfecção por microondas. Segundo os autores, a irradiação por microondas pode acelerar a difusão das moléculas de água para o interior das resinas, podendo atuar como plastificante e reduzir as propriedades mecânicas dos materiais. O aumento das propriedades mecânicas pode estar associado ao grau de conversão da matriz polimérica e a liberação do monômero residual para o meio aquoso.

No mesmo ano, Vergani et al.⁴⁶ verificaram o efeito da complementação térmica de polimerização em microondas sobre a resistência à flexão e estabilidade dimensional de uma resina para base de prótese (Lucitone 550- L) e quatro resinas quimicamente ativadas (Kooliner- K, Duraliner II- D, Ufi Gel Hard C- UGH e Tokuso Rebase Fast- T). Os corpos-de-prova foram

confeccionados de acordo com as instruções dos fabricantes, nas dimensões de 64 mm x 10 mm x 3,3 mm. As amostras foram submetidas às microondas utilizando-se 9 diferentes combinações de potência/tempo de exposição. As potências utilizadas foram 500, 550 e 650 W e, os tempos, 3, 4 e 5 min. A irradiação por microondas durante 5 min, utilizando potências de 550 W e 650 W, proporcionou aumento significativo na resistência à flexão do material K. Essa mesma propriedade mecânica foi aumentada após irradiação por 3 min e potência de 550 W para a resina termicamente ativada L. Segundo os autores, os resultados de K e L podem estar relacionados com a absorção de energia das moléculas de monômero residual retidas no interior do polímero, a qual foi suficiente para possibilitar o deslocamento das mesmas em direção aos radicais livres presentes. Por outro lado, a resistência flexural de UGH e T não sofreram efeito significativo dos tratamentos por microondas. Provavelmente, o baixo nível de monômero residual seja um dos fatores responsáveis pelos resultados de resistência à flexão da resina T. Além disso, a presença de agente de ligação cruzada, que é incorporado na resina para favorecer suas propriedades, também pode explicar os valores de resistência à flexão tanto de T como de UGH. Todos os corpos-de-prova, independentemente da condição experimental, apresentaram dimensões inferiores em relação às iniciais, indicando a ocorrência de contração de polimerização.

No ano de 2006, Gonçalves et al.¹⁰ avaliaram o efeito da desinfecção por imersão em perborato de sódio e da irradiação por microondas

sobre a alteração dimensional linear de uma resina para base de prótese (Lucitone 550-L) e de 4 resinas rígidas para reembasamento imediato (Kooliner-K, New Truliner-NT, Tokuso Rebase Fast-T e Ufi Gel Hard-U). Quarenta e oito corpos-de-prova (50x 0,5 mm) foram confeccionados para cada material, utilizando-se um molde com 4 pontos de referência. A distância entre os pontos foi medida antes e após cada condição experimental. Os corpos-de-prova foram testados após acabamento, 7 dias de armazenagem em água, 2 e 7 ciclos de irradiação diária por microondas (650W/ 6 min) e após 2 e 7 dias de imersão em solução de perborato de sódio (50°C/ 10 min). Segundo os autores, a estabilidade dimensional dos materiais avaliados não foi comprometida após a imersão em solução química, com exceção da resina NT que demonstrou aumento na média da alteração linear após 2 ciclos. A irradiação por microondas aumentou a média da alteração linear de L (-1,43%), NT (-1,27%) e K (-1,06%), os autores explicam que o processo de difusão do monômero residual para a água foi acelerado durante a irradiação por microondas, podendo resultar na pós-polimerização dos materiais, seguida da contração dos mesmos e alteração dimensional linear. O material K contraiu após 2 ciclos de irradiação, visto que após 7 ciclos não houve alteração no mesmo. Neste caso, a expansão promovida pela presença de água absorvida no material deve ter compensado o efeito de contração durante a irradiação consecutiva por microondas. Os materiais T (-0,21%) e U (-0,47%) não foram comprometidos pelos processos de desinfecção em função da presença de agentes de ligação cruzada dimetacrilato, os quais promovem alto grau de conversão em relação aos monômeros monofuncionais contidos nas resinas NT e K. Além disso,

provavelmente, a presença de dois grupos funcionais no agente de ligação cruzada permitiu maior polimerização (conversão) dos materiais T e U.

Em 2007, Murata et al.¹⁹ compararam as propriedades térmicas dinâmico-mecânicas entre 8 resinas rígidas para reembasamento imediato (quimicamente ativadas e fotoativadas) e 2 resinas para base de prótese termicamente ativadas. Para a análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA), no modo de tração, foram confeccionados 5 corpos- de- prova de cada material (40 x 7 x 2,0 mm), armazenados em ar a 23°C por 24 h. Uma tensão de 0,05 % foi aplicada baseando-se na teoria da viscoelasticidade linear dos materiais, tendo a frequência variado de 0,1 a 100 Hz. Os valores do módulo de armazenamento (E'), módulo de dissipação viscosa (E'') e amortecimento ($\tan \delta$), na frequência de 1,0 Hz, foram determinados e comparados por meio dos testes de MANOVA e Student- Newman- Keuls ($\alpha= 0,05$). Os valores de E' , de 3 resinas fotoativadas, tipo pasta, foram significativamente maiores do que as outras 5 resinas para reembasamento. Os valores de E' das resinas para reembasamento variaram de 0,63 a 3,17 GPa, tendo sido significativamente menores do que os valores das resinas para base de prótese, que variaram de 6,37 a 6,88 GPa. A maioria dos reembasadores exibiu valores de E'' significativamente menores do que os valores dos materiais para base de prótese. Os valores de $\tan \delta$ das resinas termicamente ativadas foram menores em relação à maioria das resinas para reembasamento. Os autores relataram que as propriedades térmicas dinâmico- mecânicas dos polímeros são influenciadas pela imersão em água, ciclagem térmica, força

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

Seo et al.³², em 2007, avaliaram a estabilidade dimensional de resinas de base de próteses intactas ou reembasadas, após a desinfecção por microondas. Um modelo padronizado, simulando um arco maxilar edêntulo foi confeccionado e utilizado para formar bases de próteses com 2,0 e 4,0 mm de espessura (n=200), as quais foram processadas com resina termicamente ativada (Lucitone 550). As amostras de 2,0 mm de espessura (n=160) foram reembasadas com 2,0 mm de resinas quimicamente ativadas (Tokuso Rebase Fast, Ufi Gel Hard, Kooliner ou New Truliner). Cinco pinos foram dispostos sobre o rebordo do modelo padrão (3 pinos na região anterior e um pino na região posterior de cada lado do arco), servindo como pontos de referência para mensurar a estabilidade dimensional linear. A distância entre os pinos foi medida e a área (mm²) formada pelos pinos foi calculada. Durante a confecção das bases de prótese, os pinos foram transferidos para o entalhe localizado na superfície das mesmas. A diferença entre a área determinada no modelo padrão e a área determinada nas amostras foi utilizada para calcular a porcentagem de alteração dimensional. As

bases de próteses intactas e reembasadas foram separadas aleatoriamente em 4 grupos (n=10) e avaliadas após: polimerização (grupo controle P), 1 ciclo de desinfecção por microondas (MW), desinfecção diária por microondas por 7 dias (grupo controle MW7) e armazenamento em água por 7 dias (WS7). A irradiação por microondas foi realizada a 650 W por 3 min. Os resultados das amostras intactas e reembasadas com Kooliner e New Truliner mostraram aumento da contração após 1 e 7 ciclos de desinfecção por microondas. Com exceção das amostras reembasadas com Kooliner, as amostras intactas mostraram maior contração do que as amostras reembasadas após 7 ciclos de desinfecção por microondas. Segundo os autores, a irradiação por microondas aumentou a contração de amostras intactas ou reembasadas com New Truliner e Kooliner, em função da pós-polimerização induzida pela irradiação por microondas. As resinas Tokuso Rebase Fast e Ufi Gel Hard não foram alteradas pela irradiação por microondas, podendo estar relacionado ao alto conteúdo de agente de ligação cruzada dimetacrilato que promove maior grau de conversão em relação aos materiais compostos por monômeros monofuncionais.

No mesmo ano, Urban et al.⁴² compararam a quantidade do monômero residual de 4 resinas rígidas para reembasamento imediato (Duraliner II-D, Kooliner-K, Tokuso Rebase Fast-TRF e Ufi Gel hard-UGH) e de uma resina termicamente ativada para base de prótese (Lucitone 550-L), a qual foi processada utilizando-se dois ciclos de polimerização (curto-LS e longo-LL). Além disso, o efeito de dois tratamentos pós-polimerização sobre o conteúdo de monômero

residual também foi avaliado. Os corpos-de-prova (n= 18) de cada material foram divididos em 3 grupos: 1-(controle GI) sem tratamento, 2- (GII) pós-polimerização por microondas e 3- (GIII) imersão em água a 55°C (resinas para reembasamento- 10 min; resinas de base de prótese L- 60 min). O monômero residual foi analisado utilizando-se cromatografia líquida de alta eficiência e os dados comparados pela análise de variância e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Entre os corpos-de-prova do grupo controle, houve diferença estatisticamente significativa, tendo sido os resultados ordenados da seguinte forma: K (1,52%) > D (0,85%) > UGH (0,45%) > LL (0,24%) > TRF (0,14%) > LS (0,08%). Esses resultados foram atribuídos às condições de polimerização dos materiais quimicamente ativados em relação aos materiais termicamente ativados, que possuem ciclo terminal de polimerização com temperatura elevada, o qual promove redução de monômero residual na resina polimerizada. A imersão em água quente (GIII) promoveu redução significativa de monômero residual para todos os materiais em relação ao controle (GI), com exceção das amostras LL. Os materiais K, UGH e TRF exibiram menor conteúdo de monômero residual após a irradiação por microondas (GII) em relação ao grupo controle. De acordo com os autores, a redução de monômero residual promovida pelos tratamentos de pós-polimerização com banho em água e microondas melhorou as propriedades mecânicas das resinas para base de prótese e reembasamento, através da redução na quantidade de monômero residual.

Mesquita, Geis-Gerstorfer¹⁷, em 2008, determinaram as propriedades viscoelásticas de 4 resinas compostas através da análise térmica dinâmico-mecânica (DMTA). Uma faixa de temperatura de 0 a 200°C com taxa de aquecimento de 3°C/min foi utilizada, pois poderia abranger a temperatura da cavidade bucal e a temperatura de transição vítrea (T_g) dos materiais. A frequência de 1,0 Hz foi utilizada para simular a frequência mastigatória. Os compósitos foram testados imediatamente após o processamento, armazenagem em água e a seco a 37°C por períodos de até 90 dias. Os resultados demonstraram que a pós-polimerização e o agente de ligação cruzada reduziram a mobilidade dos segmentos da cadeia molecular, aumentando o módulo de armazenamento (E') e reduzindo o amortecimento mecânico ($\tan \delta$) dos materiais até o estabelecimento do equilíbrio dinâmico. A presença de água no interior dos materiais atuou como plastificante, facilitando a movimentação molecular e, conseqüentemente, reduziu a T_g dos mesmos. Segundo os autores, as alterações nas propriedades viscoelásticas dos compósitos durante o aquecimento promovido pela DMTA foram representativas da estrutura e composição química dos mesmos, bem como do conteúdo de monômero residual, plastificantes, sorção de água e grau de conversão. Em temperaturas elevadas houve redução de E' e aumento de $\tan \delta$. Porém, nas situações clínicas, onde a temperatura é baixa, não é esperado que as propriedades avaliadas sejam alteradas. Os autores concluíram que nas situações clínicas os materiais se tornarão mais rígidos após polimerização inicial na temperatura da cavidade bucal, estando mais susceptíveis ao processo de pós-polimerização.

No mesmo ano, Mima et al.¹⁸ avaliaram a efetividade de diferentes tempos de irradiação por microondas na desinfecção de uma resina rígida para reembasamento imediato. Duzentos e quarenta corpos-de-prova (10 x 10 x 1,0 mm) da resina Tokuso Rebase Fast foram confeccionados e esterilizados por meio de óxido de etileno. Os corpos-de-prova foram, então, individualmente inoculados (107 ufc/mL) com meio de cultura de Tryptic Soy Broth (TSB) contendo um dos microrganismos avaliados (*P. aeruginosa*, *S. aureus*, *C. albicans* e *B. subtilis*). Após 48 h de incubação a 37°C, os corpos-de-prova foram agitados por 1,0 min e deixados em repouso por 9,0 min, seguido de nova agitação para a suspensão de qualquer microrganismo aderente. Após a inoculação, os corpos-de-prova foram separados aleatoriamente em 6 grupos com 10 amostras para cada microrganismo. Os corpos-de-prova foram individualmente imersos em 200 mL de água e submetidos à irradiação por microondas, na potência de 650 W em um dos seguintes tempos experimentais: GI- 1,0 min; GII- 2,0 min; GIII- 3,0 min; GIV- 4,0 min e GV- 5,0 min. Quarenta corpos-de-prova não irradiados (G0) serviram como controle positivo. A seguir, 25 µL da suspensão resultante das diluições seriadas de 10⁻³ a 10⁻⁶ foram semeados em placas de Petri contendo os meios de cultura seletivos para cada microrganismo. Todas as placas foram incubadas a 37°C por 48 h. Após a incubação, as colônias foram quantificadas em ufc/mL e os dados analisados estatisticamente pelos testes de Kruskal-Wallis e Dunn. Os corpos-de-prova irradiados foram imersos em meio de cultura e incubados a 37 °C por 7 dias. Quarenta e quatro corpos-de-prova foram submetidos à microscopia eletrônica de varredura (MEV). De acordo com os resultados, todos os corpos-de-

prova dos grupos GIII, GIV e GV foram efetivamente esterilizados após a irradiação em microondas. Para o grupo GII, as amostras contaminadas com *C. albicans* também foram esterilizadas após a irradiação. Os corpos-de-prova do grupo GII inoculados com *S. aureus*, *B. subtilis*, e *P. aeruginosa* apresentaram crescimento microbiológico (turvação) após 7 dias de incubação. Todos os corpos-de-prova do grupo GI apresentaram crescimento microbiológico após a incubação por 48 h e 7 dias. A análise em MEV indicou alteração na morfologia celular dos microrganismos presentes nas amostras esterilizadas. Os autores concluíram que a irradiação por microondas a 650 W demonstrou ser um método de esterilização efetivo para as resinas quando tempos de 3, 4 e 5 min foram utilizados.

Em 2008, Sanitá et al.³¹ avaliaram a efetividade da irradiação por microondas sobre a desinfecção de próteses totais contaminadas por cinco espécies de *Candida*. As próteses (n=50) foram confeccionadas, esterilizadas e inoculadas com os microrganismos avaliados (*C. albicans*, *C. dubliniensis*, *C. krusei*, *C. glabrata* and *C. tropicalis*). Após a incubação a 37°C durante 48 h ou 7 dias, as próteses foram irradiadas por microondas a 650 W por 3 min. As próteses não irradiadas foram utilizadas como controle. A suspensão resultante das diluições seriadas (10^{-1} a 10^{-4}) foi semeada e incubada a 37 °C durante 48 h. Os dados foram submetidos à análise de variância (2 critérios), seguido do teste Tukey ($\alpha=0,05$). As próteses contaminadas com todas as espécies de *Candida*

foram esterilizadas após a irradiação por microondas. Os grupos controle mostraram crescimento de microorganismos nos meios utilizados. O número de colônias para *C. glabrata* foi maior do que aqueles para *C. albicans*, *C. dubliniensis* e *C. tropicalis*, enquanto que, para *C. krusei* foi menor. Os autores concluíram que a irradiação por microondas por 3 min a 650 W resultou em esterilização de próteses totais.

Seó et al.³³ avaliaram a influência da irradiação por microondas sobre a resistência a flexão de resinas para base de prótese e reembasamento, em 2008. A sorção de água e a solubilidade desses materiais também foram avaliadas. A resina termicamente ativada (Lucitone 550) foi utilizada para a confecção de 40 bases de prótese intactas com 4,0 mm de espessura e 160 bases de próteses com 2,0 mm para serem reembasadas com resinas quimicamente ativadas (Tokuso Rebase Fast, Ufi Gel Hard, Kooliner, ou New Truliner). As amostras separadas aleatoriamente em 4 grupos (n=10): sem tratamento, um ou 7 ciclos de irradiação por microondas (650 W por 6,0 min) e armazenagem em água a 37°C por 7 dias. Os dados de força máxima de fratura (N); deflexão (mm), energia de fratura (N.mm), sorção (%) e solubilidade (%) foram submetidos à análise de variância e ao teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha= 0,05$). Segundo os autores, a força máxima de fratura das resinas de base de prótese intactas ou reembasadas não foram comprometidas após um ou 7 ciclos de irradiação por microondas. A deflexão e a energia de fratura das resinas de base de prótese reembasadas com Tokuso Rebase Fast e New Truliner reduziram após um ciclo de irradiação por

microondas. Esses resultados foram atribuídos à redução no conteúdo de monômero residual, promovido pelo efeito de pós-polimerização induzido pela irradiação por microondas. Simultaneamente, um ciclo de irradiação aumentou a absorção de água nas resinas, porém as propriedades das resinas não foram comprometidas, indicando que o processo de pós-polimerização superou o efeito plastificante da água absorvida no interior dos materiais. Após 7 ciclos de irradiação por microondas, a sorção de água de alguns materiais aumentou, porém a resistência a flexão não foi alterada. A armazenagem em água alterou a solubilidade dos materiais utilizados para reembasamento.

Em 2009, Urban et al.⁴² avaliaram o efeito da pós-polimerização por banho em água a 55°C por 10 min sobre o conteúdo e liberação de componentes residuais, grau de conversão, resistência à flexão e dureza de 4 resinas para reembasamento imediato. Os experimentos sobre lixiviação foram realizados por meio da armazenagem de corpos-de-prova em saliva artificial a 37±1°C. A análise do monômero residual e plastificante foi realizada por meio de cromatografia líquida de alta eficiência. O grau de conversão foi analisado por espectroscopia FT-Raman. Os corpos-de-prova foram submetidos à resistência à flexão em 3 pontos. Além disso, após os ensaios de flexão, um fragmento de cada corpo-de-prova foi submetido ao teste de dureza Vickers. A concentração de monômero residual das resinas foi reduzida após o tratamento de pós-polimerização por banho em água. As resinas Kooliner e New Truliner não

contêm agente de ligação cruzada, e a liberação de grandes quantidades de isobutil metacrilato (monômero monofuncional) em relação às resinas que possuíam 1,6-hexanediol de dimetacrilato (monômero bifuncional) foi facilitada. Segundo os autores, a presença de monômero bifuncional pode melhorar o processo de polimerização, fornecendo mais grupos reativos para a polimerização do radical livre. O 1,6-hexanediol dimetacrilato exibe distância maior entre os dois grupos metacrilato, podendo aumentar a reatividade do segundo grupo metacrilato. Monômeros de peso molecular e tamanho menores aumentam a mobilidade dentro da matriz polimérica e são difundidos mais facilmente do que monômeros maiores. O aquecimento do tratamento de pós-polimerização por banho em água pôde contribuir com a difusão dos componentes residuais das resinas para a água. O grau de conversão, resistência à flexão e dureza da resina Kooliner foram aumentados após os tratamentos de pós-polimerização, podendo estar relacionado à eficiência da polimerização original. Um material com polimerização pouco eficiente estará mais susceptível aos efeitos da pós-polimerização, devido à maior quantidade de monômero residual presente.

Proposição

A decorative graphic consisting of several overlapping, smooth, bell-shaped curves in various colors (red, blue, purple, green) that extend from the right side of the word 'Proposição'.

3 Proposição

Com base nas informações obtidas na literatura, nos propomos a estudar:

1. O efeito da irradiação por microondas a 650 W por 3 minutos sobre as propriedades viscoelásticas (E' , E'' , $\tan \delta$ e T_g) de duas resinas para base de prótese e duas resinas para reembasamento imediato.
2. A variação de temperatura no interior desses polímeros, durante a realização da irradiação por microondas.

*Material
e Método*



4 Material e Método

4.1 Materiais

✓ Resinas Acrílicas (Quadros 1 e 2)

Quadro 1- Materiais, proporções pó/líquido e condições de polimerização

Material	Sigla	Fabricante	Proporção Pó/ líquido	Condição de polimerização
Kooliner	K	GC America Inc., Alsip, IL, EUA	2,1 g / 1,5 mL	10 min à temperatura ambiente
Tokuyama Rebase II Fast	TR II	Tokuyama Co., Ltd., Tóquio, Japão	2,4 g / 1,0 mL	5,5 min à temperatura ambiente
Vipi Wave	VW	Vipi Indústria, Comércio, Exportação e Importação de Produtos Odontológicos Ltda, Pirassununga, SP, Brasil	2,15g / 1,0 mL	20 min a 180 W + 5 min a 540 W
Lucitone 550	L	Dentsply Indústria e Comércio Ltda, Petrópolis, RJ, Brasil	2,1 g / 1,0 mL	90 min a 73°C e 30 min a 100°C

Quadro 2- Composição química dos materiais avaliados

Sigla	Pó	Líquido
K	polietil metacrilato	isobutil metacrilato
TR II	polietil metacrilato	1,9- nonanediol dimetacrilato 2 (acetoacetoxi) etil metacrilato
VW	polimetil metacrilato	metil metacrilato e etileno glicol dimetacrilato
L	polimetil metacrilato	metil metacrilato e etileno glicol dimetacrilato

Os materiais K e TR II são resinas acrílicas rígidas quimicamente ativadas, indicadas para reembasamento do tipo imediato. A resina L é uma resina acrílica termicamente ativada convencional e a resina VW é uma resina acrílica termicamente ativada por meio de energia de microondas.

- ✓ Silicone laboratorial de alta viscosidade, marca Zeta Plus, fabricada por Zhermack, Badia Polesine, Rovigo, Itália;
- ✓ Catalisador para silicone polimerizado por reação de condensação, marca Indurent Gel, fabricada por Zhermack, Badia Polesine, Rovigo, Itália;
- ✓ Folha de acetato, fabricada por Sercopel, São Paulo, SP, Brasil;

- ✓ Lâmina para microscopia, fabricada por Perfecta Ind. e Com. Ltda., São Paulo, SP, Brasil;
- ✓ Cola em bastão, fabricada por Faber Castell, São Paulo, SP, Brasil;
- ✓ Gesso tipo III marca Herodent, fabricado por Vigodent S.A. Ind. Comércio, Bonsucesso, RJ, Brasil;
- ✓ Gesso tipo IV Herodent, fabricado por Vigodent S.A. Ind. Comércio, Bonsucesso, RJ, Brasil;
- ✓ Lixa d'água marca Norton, granulação 400; Norton Abrasivos Brasil, São Paulo, Brasil;
- ✓ Caneta para retroprojctor, fabricada por Faber Castell, São Paulo, SP, Brasil;
- ✓ Isolante, à base de alginato, para resina acrílica, marca Cel-Lac, fabricado por SSWhite, Rio de Janeiro, RJ, Brasil;
- ✓ Copo plástico descartável;
- ✓ Vaselina em pasta, fabricada por Chemco Ind. e Comércio Ltda, Campinas, SP, São Paulo;
- ✓ Detergente neutro marca Limpol, fabricado por Bombril S/A, São Bernardo do Campo, SP, Brasil;
- ✓ Álcool etílico hidratado 93,8° INPM (96° GL) marca Fulgor, fabricado por Fulgor Rio Preto Industrial Ltda., São José do Rio Preto, SP, Brasil;

- ✓ Algodão marca Topz, fabricado por Nature's Plus Farmacêutica Ltda., Hortolândia, SP, Brasil;
- ✓ Água destilada.

4.2 Instrumentos

- ✓ Béquero graduado 500 ml, fabricada por Satelit, Araraquara, SP, Brasil;
- ✓ Estilete, fabricado por Faber Castell, São Paulo, SP, Brasil;
- ✓ Gral e espátula para gesso, fabricados por Jon, São Paulo, SP, Brasil;
- ✓ Matriz metálica vazada de aço inoxidável, com dimensões de 40 x 10 x 3,3 mm;
- ✓ Espátula nº. 36, marca Duflex, fabricada por SSWhite, Rio de Janeiro, Brasil;
- ✓ Matriz vazada de madeira, com dimensões de 80 mm x 24 mm x 11 mm;
- ✓ Martelo;
- ✓ Mufla nº. 6, fabricada por OGP Produtos Odontológicos, São Paulo, SP, Brasil;
- ✓ Mufla STG, fabricada por Vipi Ind. Com. Exp. Imp. de Produtos Odontológicos Ltda, Pirassununga, SP, Brasil;
- ✓ Placa de vidro;

- ✓ Pipeta graduada 1/100, fabricada por Satelit, Araraquara, SP, Brasil;
- ✓ Pote de vidro com tampa para resina, fabricado por Jon, São Paulo, SP, Brasil;
- ✓ Prensa manual para termopolimerização, fabricada por OGP Produtos Odontológicos, São Paulo, SP, Brasil;
- ✓ Sensor de temperatura de fibra óptica NomadTM fabricado por Neoptix Inc., Quebec, QC, Canada;
- ✓ Seringa hipodérmica.

4.3 Aparelhos

- ✓ Balança de precisão (0,0001 g), modelo BL 210S, fabricada por Sartorius, Gottingen, Alemanha;
- ✓ Cartão de memória flash SD de 512 Mb fabricado por Kingston Technology Company e distribuído por Wintronic, São Paulo, SP, Brasil
- ✓ Estufa de cultura, modelo 002CB, fabricado por Fanem Ltda., São Paulo, SP, Brasil;
- ✓ Forno de microondas, Brastemp, modelo Sensor Crisp 38, Bouble Emiossion System, Manaus, AM, Brasil;
- ✓ Prensa hidráulica, fabricado por Delta Máquinas Especiais, Vinhedo, São Paulo, SP, Brasil;
- ✓ Polimerizadora, Solab Científica, Piracicaba, SP, Brasil

- ✓ Politriz, modelo Metaserv 2000, fabricado por Buehler, Lake Bluff, IL, EUA;
- ✓ Paquímetro digital, modelo 500-144B, fabricado por Mitutoyo Sul América Ltda; Suzano, SP, Brasil;
- ✓ Máquina de ensaios para análise termo dinâmico-mecânica PL Thermal Sciences MK II, fabricado por Polymer Laboratories Ltd., Loughborough, UK;
- ✓ Termômetro de fibra óptica portátil Nomad™ fabricado por Neoptix Inc., Quebec, QC, Canada
- ✓ Vibrador para gesso, fabricado por EDG Equipamentos e Controle Ltda, São Paulo, SP, Brasil.

4.4 Planejamento Experimental

O número de corpos-de-prova necessário para a realização deste estudo foi calculado com base nos resultados obtidos em estudo piloto.

Foram analisadas sete variáveis: Log E' e tan δ a 37°C do primeiro e do último ciclo de DMTA, Log E' na Tg, máximo de tan δ e Tg, tendo sido estabelecido dois fatores de variação: Material, em 4 níveis (resinas L, VW, K, TR II) e Condição experimental em 4 níveis (após o acabamento, após um ciclo de irradiação por microondas, após 7 dias de armazenagem em água e após irradiação diária por microondas durante 7 dias). Definiu-se então, que duas repetições (n=2)

para cada condição experimental seriam suficientes para esses ensaios termo dinâmico-mecânicos, utilizando-se um volume amostral de 32 corpos-de-prova.

4.5 Método

4.5.1 Obtenção dos corpos-de-prova para a mensuração da temperatura durante a irradiação por microondas

Inicialmente, foi confeccionada uma matriz metálica contendo um vazado com as seguintes dimensões: 40 mm de comprimento, 10 mm de largura e 3,3 mm de espessura (Figura1).

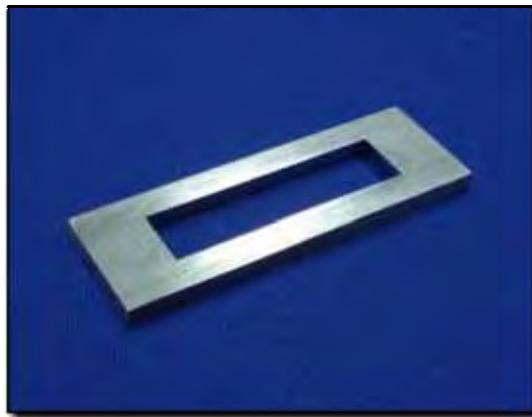


FIGURA 1 – Matriz metálica vazada.

Para a obtenção dos corpos-de-prova das resinas termicamente ativadas, padrões de resina quimicamente ativada foram obtidos por meio da matriz metálica descrita anteriormente. Para isso, a matriz metálica foi posicionada sobre uma placa de vidro recoberta com uma lâmina de acetato. A

resina acrílica foi proporcionada e manipulada de acordo com as instruções do fabricante e inserida no interior da matriz metálica vazada. Em seguida, outra lâmina de acetato e uma nova placa de vidro foram posicionadas sobre a matriz e esse conjunto foi levado à prensa hidráulica (0,5 tonelada), até a polimerização final do material (Figuras 2a e b).

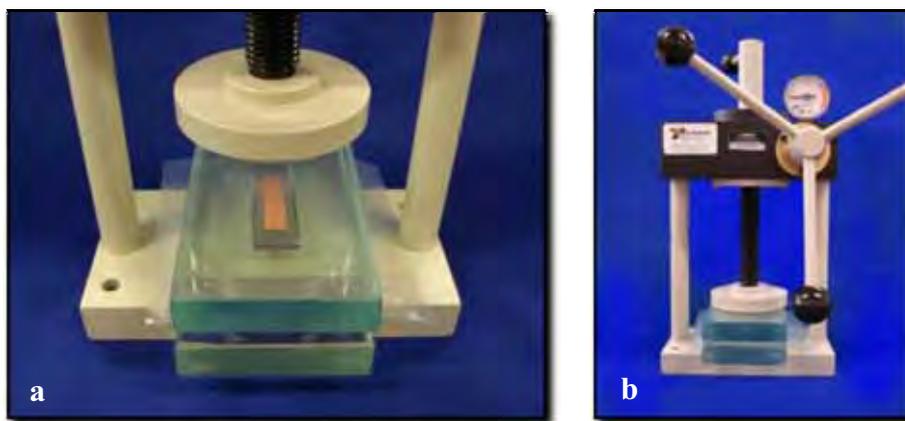


FIGURA 2 – (a) Conjunto em posição na prensa hidráulica; (b) Prensagem.

Os padrões de resina acrílica descritos foram, então, utilizados para a confecção de moldes em silicone laboratorial de alta viscosidade, polimerizado por reação de condensação, com o auxílio de uma matriz de madeira. Para isso, os padrões de resina foram fixados, com cola em bastão, no centro de cada cavidade da matriz de madeira, e a massa de silicone laboratorial foi manipulada e acomodada manualmente no interior da matriz (Figura 3a). Em seguida, a matriz de madeira foi fechada e o conjunto levado à prensa hidráulica (0,5 tonelada). Após a polimerização do material, os excessos foram recortados com auxílio de um estilete e o molde em silicone foi obtido (Figura 3b).

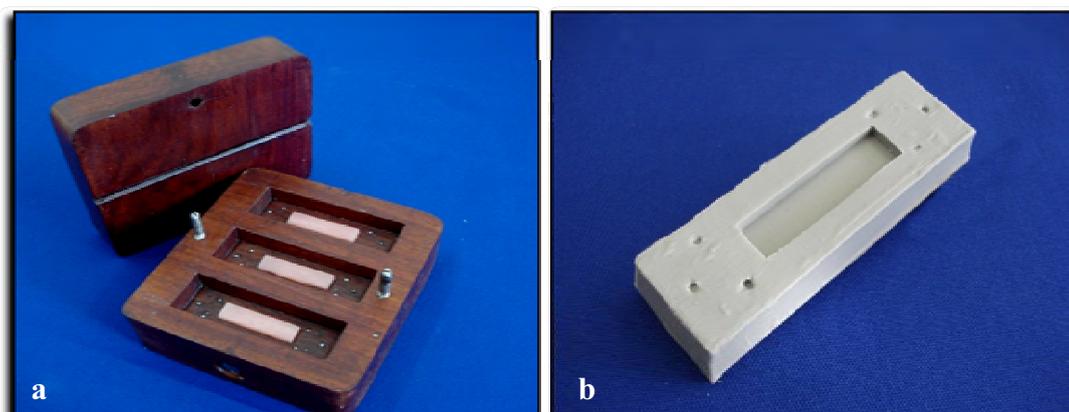


FIGURA 3 – (a) Padrões centralizados na matriz; (b) Molde finalizado

Em seguida, os moldes foram incluídos em muflas metálicas convencionais para a termopolimerização da resina L, e em muflas especiais para microondas para a resina VW com a face superior do molde recoberta por lâmina de vidro²⁷.

Para a inclusão do molde de silicone, gesso pedra melhorado (Tipo IV) foi proporcionado (150 g de pó e 33 mL de água), espatulado por 1 minuto e vazado no interior da mufla sob vibração. Em seguida, o molde de silicone foi posicionado na base da mufla, matendo-se a sua superfície no mesmo nível da borda da mufla (Figura 4a). Após a reação de presa final do gesso (uma hora), toda sua superfície foi isolada com isolante à base de alginato de sódio e uma lâmina de vidro foi fixada, com cola em bastão, sobre o molde em silicone. Nesse momento, a contra-mufla, previamente isolada com vaselina, foi acoplada à base da mufla e preenchida com Gesso tipo III (300 g de pó e 90 mL de água), manipulado e vazado nas mesmas condições descritas anteriormente. A mufla foi,

então, fechada e levada em prensa hidráulica (1,0 tonelada) até a reação final de presa do gesso. Após a abertura da mufla, a lâmina de vidro (Figura 4b) foi limpa e desengordurada com auxílio de algodão embebido em álcool e o molde em silicone foi limpo com solução detergente.

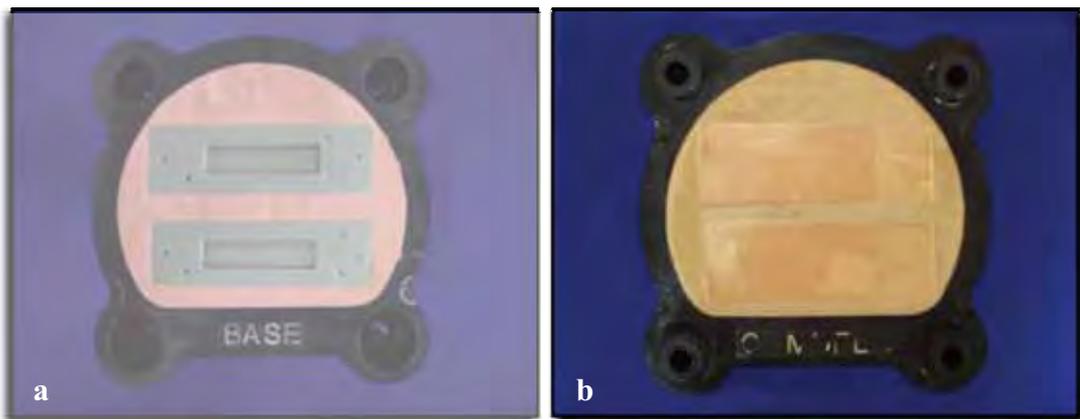


FIGURA 4 – (a) Moldes de silicone posicionados na base da mufla para microondas; (b) Placas de vidro posicionadas na contra-mufla para microondas.

Posteriormente, as resinas L ou VW foram proporcionadas de acordo com as instruções dos fabricantes (Quadro 1). Para pesar o pó das resinas L e VW, bem como das demais resinas acrílicas, foi utilizada uma balança eletrônica com 0,0001 g de precisão. O monômero foi proporcionado por meio de uma pipeta graduada (1/100 mL), acoplada a um pipetador. A manipulação das resinas para base de prótese L e VW foi realizada com a utilização de pote de vidro e espátula nº 36. Ao atingir a fase plástica, as resinas L e VW foram acomodadas no molde de silicone e um sensor de temperatura de fibra óptica foi posicionado no interior da massa de resina, de forma que sua extremidade permanecesse no interior da mesma. Para posicionar o sensor de temperatura de

fibra óptica (Figuras 5a e b) no interior dos corpos-de-prova, uma canaleta foi confeccionada sobre a superfície da base da mufla, permitindo a passagem do sensor de fibra óptica até a massa de resina e possibilitando a prensagem da resina sem que o sensor fosse danificado (Figuras 6a e b).

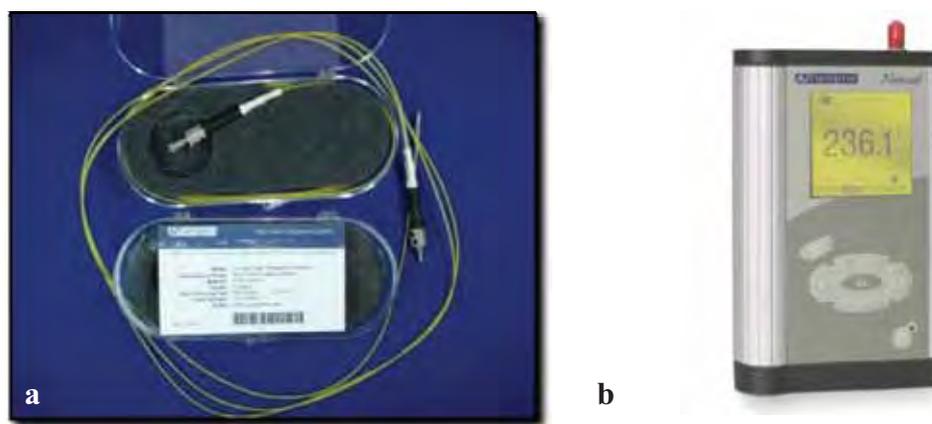


FIGURA 5 – (a) Sensor de temperatura; (b) Aparelho de registro digital.

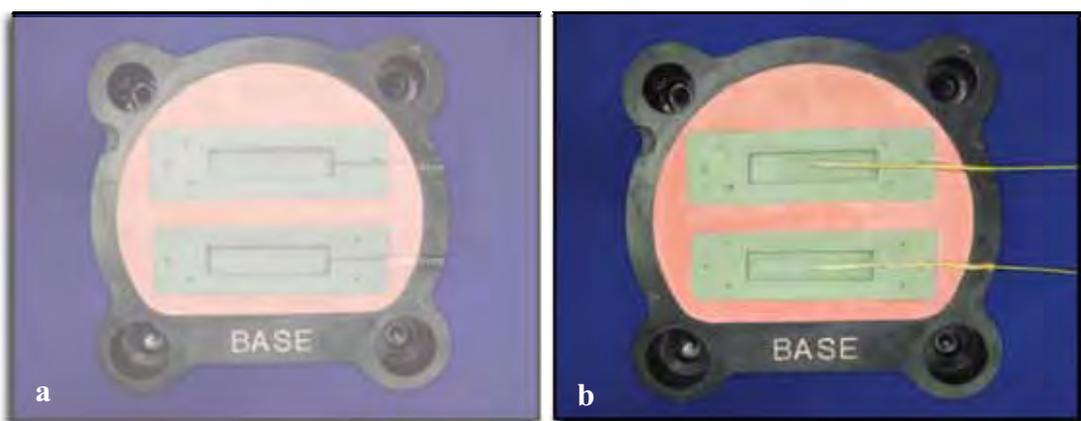


FIGURA 6 - (a) Canaleta confeccionada na base da mufla para microondas; (b) Sensor de fibra óptica em posição na canaleta.

Em seguida, as muflas foram fechadas e prensadas gradativamente até a carga de 1,0 tonelada, por 30 minutos (Figuras 7). Decorrido o período de prensagem, as muflas foram submetidas ao ciclo de polimerização recomendado pelos fabricantes dos materiais L e VW (Quadro 1).

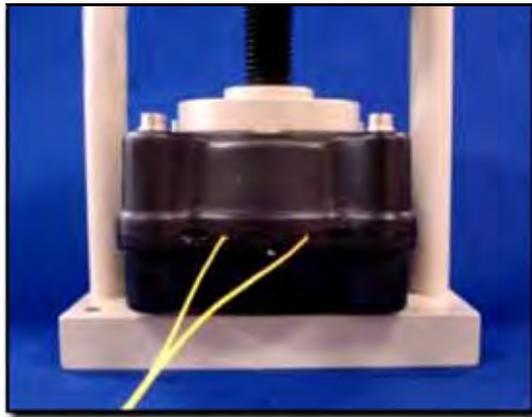


FIGURA 7 - Prensagem da resina para microondas.

Para a polimerização do material L, foi utilizada uma termopolimerizadora automática e para o material VW um forno de microondas convencional. O forno de microondas foi calibrado com o objetivo de se padronizar a potência necessária para a polimerização da resina VW⁴⁰. Concluída a polimerização, as muflas foram mantidas sobre bancada por 30 minutos e, a seguir, imersas em água corrente por 15 minutos para seu completo esfriamento^{2,15}. Em seguida, os corpos-de-prova das resinas L e VW foram removidos da mufla (Figura 8) e submetidos a acabamento sob irrigação em politriz automática, com lixas de carbetto de silício de granulação 400²⁷, para a remoção de excessos laterais. A precisão das dimensões foi verificada por meio de

um paquímetro digital em três locais (extremidades e região mediana) de cada dimensão, mantendo-se limite de tolerância de 0,02 mm. Dessa forma, cada corpo-de-prova apresentava dimensão final de: $40 \pm 0,02$ mm de comprimento, $10 \pm 0,02$ mm largura e $3,3 \pm 0,02$ mm de espessura.

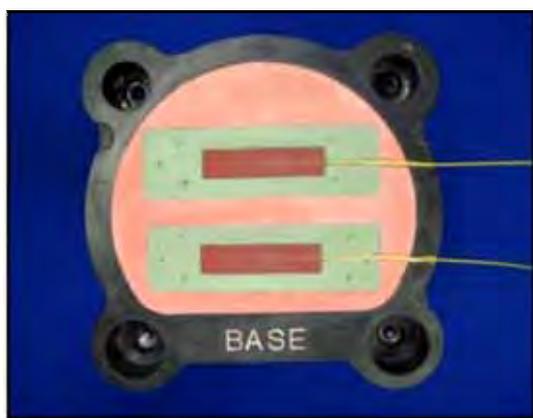


FIGURA 8 - Resinas polimerizadas em mufla especial para microondas.

Para a confecção dos corpos-de-prova das resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato, foi utilizada uma matriz metálica vazada ($40 \times 10 \times 3,3$ mm), idêntica a anterior, com exceção de uma canaleta confeccionada numa das extremidades laterais, permitindo o posicionamento do sensor de temperatura no interior do corpo-de-prova (Figura 9).



FIGURA 9 – Sensor de fibra óptica em posição na matriz metálica vazada.

A matriz metálica foi posicionada sobre uma placa de vidro recoberta por uma lâmina de acetato. As resinas acrílicas foram proporcionadas e manipuladas de acordo com as instruções dos fabricantes e, em seguida, inseridas no interior da matriz metálica vazada. Após acomodação do material, o sensor de temperatura de fibra óptica foi posicionado no interior dos polímeros, conforme descrito anteriormente para as resinas para base de prótese. Em seguida, outra lâmina de acetato, seguida de uma nova placa de vidro foram posicionadas sobre a matriz e esse conjunto levado à prensa hidráulica (0,5 tonelada), tendo sido mantido sob pressão até a polimerização dos materiais (Figuras 10a e b).

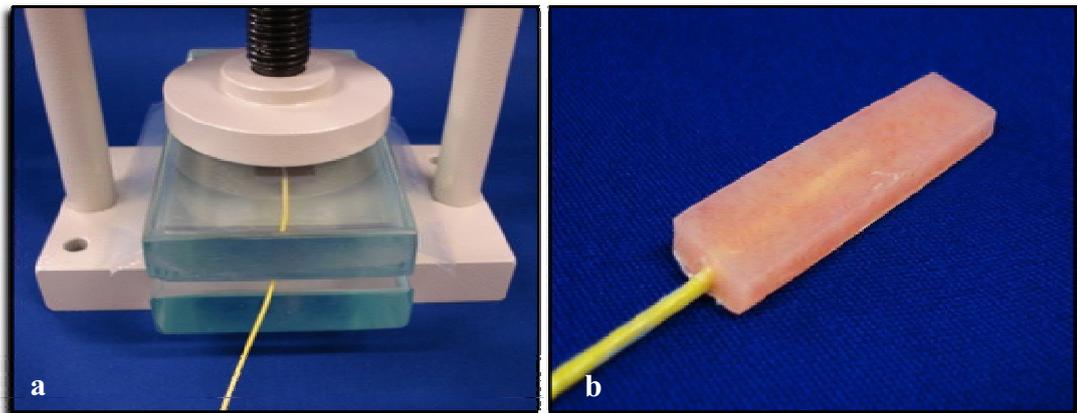


FIGURA 10 – (a) Prensagem da resina; (b) Corpo-de-prova finalizado.

4.5.2 Mensuração da temperatura durante a irradiação por microondas

Para o monitoramento das alterações de temperatura no interior dos corpos-de-prova durante a irradiação por microondas, 6 corpos-de-prova de cada material foram, individualmente, imersos em um béquer contendo 200 mL de água destilada^{18,22} e os sensores de fibra óptica, inertes à irradiação de microondas²⁵ foram acoplados ao equipamento para registro e transmissão de dados. Cada corpo-de-prova era irradiado por 3 minutos em forno de microondas convencional (2450 MHz), ajustado com a potência de 650 W¹⁸ (Figura 11). A cada segundo, o equipamento registrava a temperatura interna do corpo-de-prova (°C), possibilitando a obtenção de curva de aquecimento correspondente ao período de irradiação.

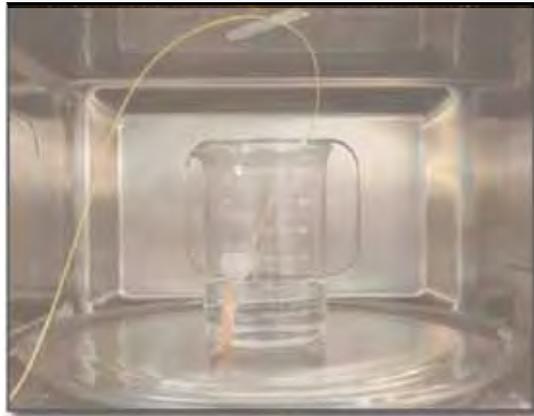


FIGURA 11 – Corpo-de-prova no forno de microondas pronto para ser irradiado

4.5.3 Análise térmica dinâmico-mecânica

Para avaliar o efeito da irradiação por microondas sobre as propriedades viscoelásticas das resinas para base de prótese e reembasamento imediato, 8 corpos-de-prova de cada material foram confeccionados conforme descrito no item 4.4.1, porém, sem a incorporação do sensor óptico de temperatura (Figura 12a). Os corpos-de-prova foram imersos em 200 mL de água destilada (Figura 12b) e submetidos à irradiação por microondas, por 3 minutos a 650W¹⁸. Além disso, para avaliar o efeito da desinfecção sucessiva sobre essas mesmas propriedades, corpos-de-prova adicionais foram irradiados diariamente por microondas durante um período de 7 dias consecutivos e mantidos em água destilada a 37°C, durante os intervalos entre as desinfecções²⁴.

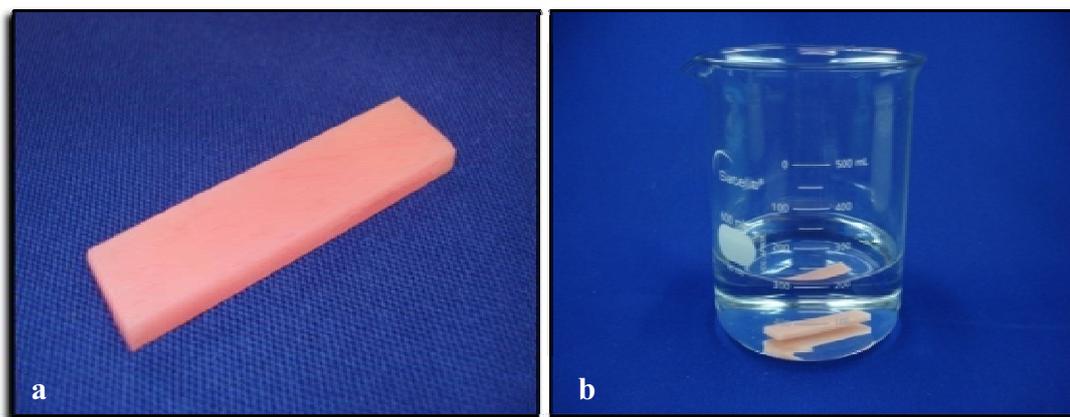


FIGURA 12- (a) Corpo-de-prova finalizado; (b) Corpo-de-prova em béquer com água destilada.

As propriedades viscoelásticas dos corpos-de-prova foram analisadas por meio de ensaios térmicos dinâmico-mecânicos, utilizando-se uma máquina de ensaios conectada a um computador compatível IBM. A máquina foi previamente calibrada e os corpos-de-prova foram fixados com torque constante de 30 cNm no modo cantilever duplo (Figuras 13a e b). O forno removível foi acoplado e o transdutor ajustado no sentido de prevenir qualquer tensão sobre o corpo-de-prova. O equipamento foi calibrado para promover uma deformação sinusoidal dos corpos-de-prova com frequência constante de 1 Hz^{7,20,39} (próximo da frequência mastigatória²⁰) e taxa de aquecimento de 3°C/ min⁷. Uma tensão de 64 μ m foi utilizada para assegurar-se de que cada material fosse testado totalmente dentro do seu limite de elasticidade sem fraturar-se^{7,11,47}. Para avaliar algum efeito de pós-polimerização induzido durante a DMTA, os corpos-de-prova foram submetidos a ciclos de temperatura consecutivos, com diferentes faixas de

temperatura. Nas resinas quimicamente ativadas, o primeiro ciclo de DMTA foi realizado na faixa de 20°C a 40°C, havendo um acréscimo de 20°C na temperatura máxima dos ciclos seguintes. Nas resinas termicamente ativadas, o primeiro ciclo de DMTA foi realizado na faixa de 20°C a 100°C. As faixas de temperatura de 20°C a 120°C e 20°C a 160°C foram utilizadas, respectivamente, para o último ciclo de DMTA dos reembasadores e das resinas de base de prótese. Dessa forma, 5 ciclos foram realizados para os reembasadores, e 4 ciclos para as resinas de base de prótese. Após a realização de cada ciclo de DMTA, o forno removível era retirado e o corpo-de-prova esfriado naturalmente à temperatura ambiente (23°C). Posteriormente o forno removível era novamente acoplado (Figura 14) e o corpo-de-prova esfriado a uma temperatura inferior a 20°C, por meio da passagem de nitrogênio líquido pelo interior do forno acoplado. Durante a realização desses testes, o módulo elástico (E'), o amortecimento mecânico ($\tan\delta = E''/E'$) e a temperatura de transição vítrea (T_g) foram determinados para cada corpo-de-prova. Os valores de $\text{Log } E'$ e $\tan \delta$ a 37°C foram obtidos no primeiro e no último ciclo de DMTA. Além disso, os valores de $\text{Log } E'$ na T_g e o máximo de $\tan \delta$ foram obtidos no último ciclo de DMTA.

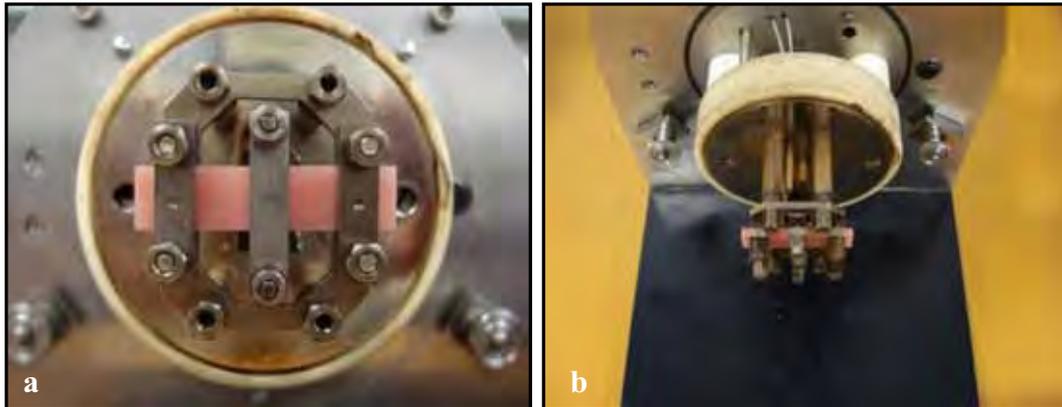


FIGURA13 - (a e b) Corpo-de-prova fixado na máquina de ensaios de DMTA.



FIGURA 14 – Forno acoplado a máquina de ensaios de DMTA.

Com o objetivo de avaliar o efeito da desinfecção por microondas sobre as propriedades viscoelásticas das resinas estudadas, os corpos-de-prova de cada material foram aleatoriamente separados em quatro grupos ($n=2$):

Controle 1 - os corpos-de-prova das resinas K e TR II foram submetidos aos ensaios térmicos dinâmico-mecânicos após seu acabamento. Os corpos-de-prova das resinas L e VW foram analisados após armazenagem em água destilada a 37°C por 50 ± 2 horas²;

Experimental (MW 1) - os ensaios térmicos dinâmico-mecânicos foram realizados após um ciclo de irradiação dos corpos-de-prova por microondas, durante 3 minutos a 650 W;

Controle 2 - os corpos-de-prova foram submetidos aos ensaios térmicos dinâmico-mecânicos após armazenagem em água destilada a 37°C pelo período de 7 dias;

Experimental (MW 7) - os ensaios térmicos dinâmico-mecânicos foram realizados após irradiação diária dos corpos-de-prova por microondas (3 minutos a 650 W) durante o período de 7 dias consecutivos.

4.6 Metodologia Estatística

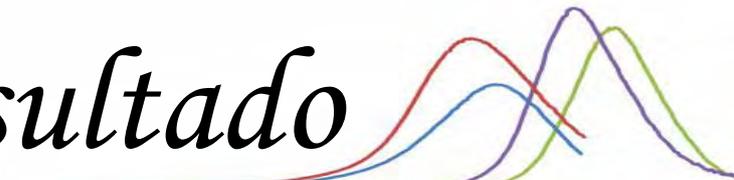
Os resultados foram tabulados e submetidos ao teste de normalidade para verificar a distribuição dos dados amostrais. Com base nos resultados observados por meio do teste de normalidade, pôde-se determinar o método estatístico mais adequado em nível de significância de 5%.

A análise de variância foi o procedimento estatístico empregado para avaliar a significância em 5%, dos efeitos dos dois fatores e da interação entre eles sobre Log E' e tan δ a 37°C do primeiro e do último ciclo de DMTA, Log E' na Tg, máximo de tan δ e Tg.

Complementando a análise de variância, o teste de Student-Newman-Keuls, também em nível de 5% de significância, foi utilizado para a comparação múltipla de médias de Log E', tan δ e Tg duas a duas. Foi utilizado

um intervalo de 95% de confiança para a média populacional correspondente a cada grupo experimental.

Resultado

A decorative graphic consisting of four overlapping bell-shaped curves. From left to right, the curves are colored red, blue, purple, and green. They are positioned to the right of the word 'Resultado'.

5 Resultado

5.1 Mensuração da temperatura durante a irradiação por microondas

As curvas de tempo-temperatura representativas da água e dos materiais são apresentadas na Figura 15. As curvas originais de cada corpo-de-prova de todos os materiais são apresentadas nas Figuras A1 a A5 do Apêndice A.

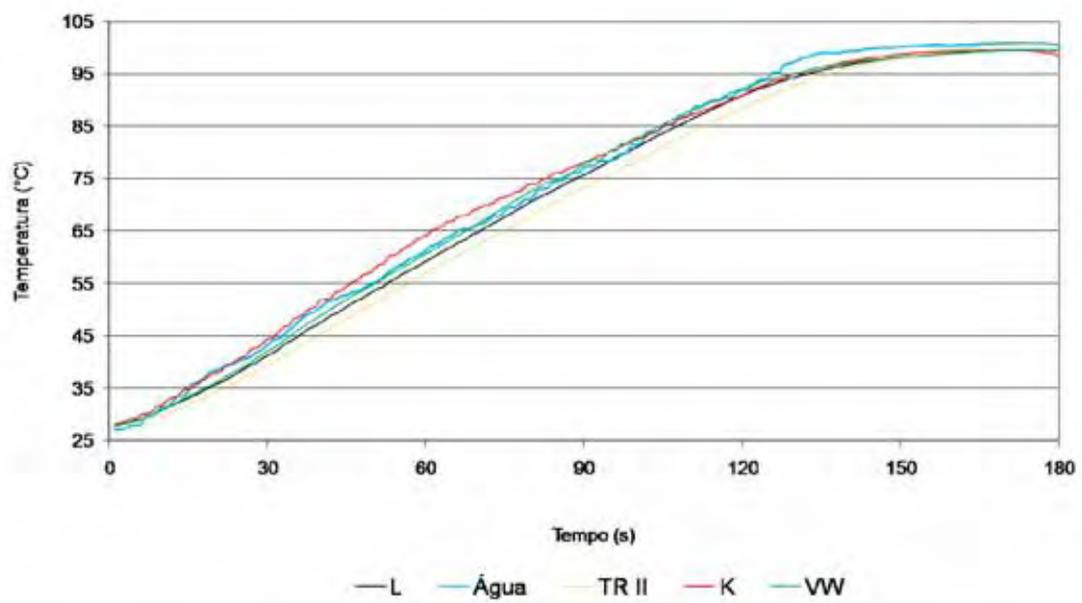


FIGURA 15 - Curvas tempo-temperatura durante a irradiação por microondas.

A análise da Figura 15 indica que as retas ascendentes da água e dos materiais, registrados durante a irradiação por microondas, foram similares. Pode-se observar, ainda, que os corpos-de-prova atingiram a temperatura de ebulição da água (aproximadamente 96°C) em 130 s e permaneceram nessa temperatura por 50 s durante a irradiação por microondas.

5.2 Análise térmica dinâmico-mecânica

Os valores originais de $\text{Log } E'$ e $\tan \delta$ a 37°C do primeiro e do último ciclo de DMTA, $\text{Log } E'$ na T_g , máximo de $\tan \delta$ e de T_g de todos os materiais são apresentados nas Tabelas B1 a B7, do Apêndice B.

Os resultados de $\text{Log } E'$ e $\tan \delta$ a 37°C de cada material, para cada ciclo de DMTA e condição experimental, são representados nas Figuras C1 a C6, do Apêndice C.

Log E' a 37°C do primeiro ciclo de DMTA

O resumo da análise de variância dos valores de $\text{Log } E'$ a 37°C é exibido na Tabela 1, onde se pode observar o efeito significativo de Material ($P < 0,001$), Condição experimental ($P = 0,005$) e da interação entre Material e Condição experimental ($P < 0,001$). A média dos valores de $\text{Log } E'$ a 37°C da interação Material x Condição experimental e os resultados do teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha = 0,05$) são apresentados na Tabela 2.

Tabela 1 – Resumo da análise de variância relativa à Log E' a 37°C do primeiro ciclo de DMTA

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	p
Material (M)	3	0,141	175,219	<0,001
Condição (C)	3	5,022	6,226	0,005
M * C	9	5,866	7,272	<0,001
Erro	16	8,067		

Tabela 2 – Valores de média de Log E' a 37°C, do primeiro ciclo de DMTA, para interação Material x Condição experimental

	Controle 1	MW1	Controle 2	MW7
L	9,253 A ^a	9,207 A ^a	9,243 A ^a	9,241 A ^a
VW	9,206 A ^a	9,192 A ^a	9,257 A ^a	9,221 A ^a
K	8,850 B ^a	9,075 B ^b	9,012 B ^b	9,038 B ^b
TR II	8,995 C ^a	9,010 B ^a	9,018 B ^a	8,980 B ^a

Letras maiúsculas iguais, no sentido vertical, e letras minúsculas iguais, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente iguais entre si.

A partir da interpretação da Tabela 2, pode-se verificar que um ciclo de irradiação por microondas aumentou significativamente o valor de E' do material K ($P < 0,05$). Nenhuma diferença estatisticamente significativa ($P > 0,05$) foi observada quando os materiais foram irradiados diariamente por 7 dias. Após

7 dias de armazenagem em água, o valor de Log E' de K aumentou significativamente ($P<0,05$). Com relação aos corpos-de-prova do Controle 1, K produziu o menor valor de E' ($P<0,05$), enquanto TR II mostrou valores médios intermediários entre K e as resinas de base de prótese L e VW. Nos grupos Controle 2, MW1 e MW7, não houve diferença significativa entre K e TR II ($P>0,05$). Independente das condições experimentais, os valores médios de Log E' das resinas acrílicas de base de prótese L e VW foram estatisticamente similares e maiores do que os valores das resinas para reembasamento imediato K e TR II ($P<0,05$).

Tan δ a 37°C do primeiro ciclo de DMTA

O resumo da análise de variância dos valores de tan δ a 37°C é apresentado na Tabela 3, onde se pode observar o efeito significativo de Material ($P<0,001$), Condição experimental ($P<0,001$) e da interação entre Material e Condição experimental ($P<0,001$). Os valores de média de tan δ a 37°C da interação Material x Condição experimental e os resultados do teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha=0,05$) são exibidos na Tabela 4.

Tabela 3 – Resumo da análise de variância relativo à $\tan \delta$ a 37°C do primeiro ciclo de DMTA

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	p
Material (M)	3	9,706	177,779	<0,001
Condição (C)	3	1,553	28,441	<0,001
M * C	9	1,745	31,961	<0,001
Erro	16	5,459		

Tabela 4 – Valores de média de $\tan \delta$ a 37°C do primeiro ciclo de DMTA para a interação Material x Condição experimental

	Controle 1	MW1	Controle 2	MW7
L	0,067 A ^a	0,075 A ^a	0,069 A ^a	0,079 A ^a
VW	0,071 A ^a	0,078 A ^a	0,067 A ^a	0,077 A ^a
K	0,225 B ^a	0,102 B ^b	0,121 B ^b	0,114 B ^b
TR II	0,127 C ^a	0,128 C ^a	0,108 B ^a	0,130 B ^a

Letras maiúsculas iguais, no sentido vertical, e letras minúsculas iguais, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente iguais entre si.

A partir da interpretação da Tabela 4, foi observado que um ciclo de irradiação por microondas e 7 dias de armazenagem em água reduziram significativamente o valor de $\tan \delta$ de K ($P < 0,05$). Quando os grupos Controle 2 e MW7 foram comparados, nenhuma diferença ($P > 0,05$) estatisticamente

significante foi verificada, independente do material avaliado. Após o acabamento, K produziu o maior valor de média de $\tan \delta$, seguido de TR II ($P < 0,05$). Após um ciclo de irradiação por microondas, TR II exibiu o maior valor de média de $\tan \delta$, seguido de K ($P < 0,05$). Nos grupos Controle 2 e MW7, os valores de média de $\tan \delta$ de TR II e K foram similares ($P < 0,05$). Independente das condições experimentais, os valores de média de $\tan \delta$ das resinas de base de prótese L e VW foram similares e menores em relação aos valores dos reembasadores imediatos K e TR II ($P < 0,05$).

Log E' a 37°C do último ciclo de DMTA

O resumo da análise de variância dos valores de Log E' a 37°C é apresentado na Tabela 5, tendo sido observado efeito significativo para o fator Material ($P < 0,001$). O fator Condição experimental ($P = 0,767$) e a interação entre Material e Condição experimental ($P = 0,397$) não foram estatisticamente significantes. Os valores de média de Log E' a 37°C dos materiais e os resultados do teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha = 0,05$) são apresentados na Tabela 6.

Tabela 5 – Resumo da análise de variância relativa à Log E' a 37°C do último ciclo de DMTA

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	p
Material (M)	3	0,127	95.943	<0,001
Condição (C)	3	5,063	0,382	0,767
M * C	9	1,498	1,131	0,397
Erro	16	1,324		

Tabela 6 - Valores de média de Log E' a 37°C do último ciclo de DMTA

Material			
L	VW	K	TR II
9,289 A	9,263 A	9,074 B	9,044 B

No sentido horizontal, letras maiúsculas iguais indicam valores de média estatisticamente iguais entre si.

A Tabela 6 indica que os valores de média de E' das resinas acrílicas para base de prótese L e VW foram similares e maiores do que aqueles das resinas para reembasamento imediato K e TR II ($P<0,05$).

Considerando os efeitos da irradiação por microondas sobre o Log E' a 37°C do material K (Tabela 2), a Figura 16 foi construída com o objetivo de se identificar o comportamento dessa propriedade nos vários ciclos de DMTA,

para cada condição experimental. Essa mesma análise foi realizada para todos os materiais (Apêndice C, Figuras C1, C3 e C5).

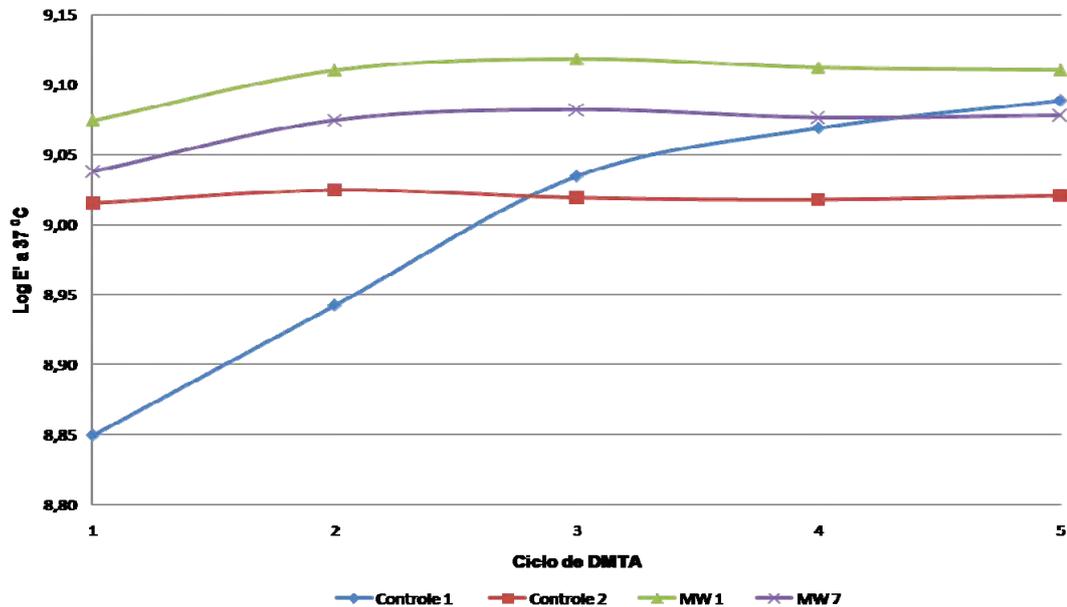


FIGURA 16 - Resultados de Log E' a 37°C do material K para cada condição experimental e para cada ciclo de DMTA.

Por meio da Figura 16, podem ser observadas diferenças de comportamento entre grupos experimentais após cada ciclo consecutivo de DMTA. Dentro do grupo Controle 1, o aumento do valor de Log E' do material K foi acentuado após os ciclos de DMTA, não tendo esse efeito sido observado nos corpos-de-prova do grupo Controle 2. Do primeiro ao último ciclo de DMTA, um ligeiro aumento dos valores de Log E' foi observado após um ou 7 ciclos de irradiação por microondas.

Log E' na Tg

A Tabela 7 apresenta o resumo da análise de variância dos valores de Log E' na Tg, onde pode ser observado o efeito significativo para o fator Material ($P < 0,001$). O fator Condição experimental ($P = 0,106$) e a interação entre Material e Condição experimental ($P = 0,726$) não foram estatisticamente significantes. A média dos valores de Log E' na Tg dos materiais e os resultados do teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha = 0,05$) são apresentados na Tabela 8.

Tabela 7 – Resumo da análise de variância relativa à Log E' na Tg

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	p
Material (M)	3	6,047	14,139	<0,001
Condição (C)	3	1,024	2,395	0,106
M * C	9	2,859	0,668	0,726
Erro	16	4,277		

Tabela 8 – Valores de média de Log E' na Tg

Material			
L	VW	K	TR II
7,153 A	7,142 A	6,987 B	7,178 A

No sentido horizontal, letras maiúsculas iguais indicam valores de média estatisticamente iguais entre si.

A interpretação da Tabela 8 indica que o material K produziu o menor valor de Log E' na Tg ($P < 0,05$). Pode se observar, ainda, que não houve diferença estatisticamente significativa entre os valores de média de Log E' na Tg dos materiais L, VW e TR II ($P > 0,05$).

Tan δ a 37°C do último ciclo de DMTA

O resumo da análise de variância dos valores de tan δ a 37°C é apresentado na Tabela 9, onde se pode observar o efeito significativo dos fatores Material ($P < 0,001$), Condição experimental ($P < 0,001$) e da interação entre Material e Condição experimental ($P < 0,001$). A Tabela 10 exibe a os valores de média de tan δ a 37°C da interação Material x Condição experimental, bem como os resultados do teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha = 0,05$).

Tabela 9 – Resumo da análise de variância relativa à tan δ a 37°C do último ciclo de DMTA

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	p
Material (M)	3	4,835	633,312	<0,001
Condição (C)	3	3,289	43,083	<0,001
M * C	9	1,774	23,233	<0,001
Erro	16	7,634		

Tabela 10 – Valores de média de $\tan \delta$ a 37°C do último ciclo de DMTA, para a interação Material x Condição experimental

	Controle 1	MW1	Controle 2	MW7
L	0,065 A ^a	0,062 A ^a	0,062 A ^a	0,063 A ^a
VW	0,067 A ^a	0,066 A ^a	0,068 A ^a	0,065 A ^a
K	0,124 B ^a	0,083 B ^b	0,123 B ^a	0,098 B ^c
TR II	0,107 C ^a	0,101 C ^b	0,113 C ^a	0,109 C ^a

Letras maiúsculas iguais, no sentido vertical, e letras minúsculas iguais, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente iguais entre si.

A interpretação da Tabela 10 permite verificar que um ciclo de irradiação por microondas reduziu significativamente os valores de média de $\tan \delta$ das resinas para reembasamento imediato K e TR II ($P < 0,05$). Após a irradiação diária em microondas por 7 dias, o valor de $\tan \delta$ de K foi significativamente reduzido ($P < 0,05$). Independente dos materiais avaliados, nenhuma alteração nos valores de $\tan \delta$ foi observada após 7 dias de armazenagem em água.

Após o acabamento e 7 dias de armazenagem em água, K produziu o maior valor de $\tan \delta$, seguido de TR II ($P < 0,05$). Após um ou 7 ciclos de irradiação por microondas, TR II produziu o maior valor de $\tan \delta$, seguido de K ($P < 0,05$). Independente das condições experimentais, os valores médios de $\tan \delta$ das resinas acrílicas para base de prótese L e VW foram estatisticamente similares e menores do que os dos reembasadores imediatos K e TR II ($P < 0,05$).

Considerando os efeitos da irradiação por microondas sobre os valores de média de $\tan \delta$ a 37°C do material K (Tabelas 4 e 10), a Figura 17 foi

construída com o objetivo de se identificar o comportamento dessa propriedade nos vários ciclos de DMTA, para cada condição experimental. Essa mesma análise foi realizada para todos os materiais (Apêndice C, Figuras C2, C4 e C6).

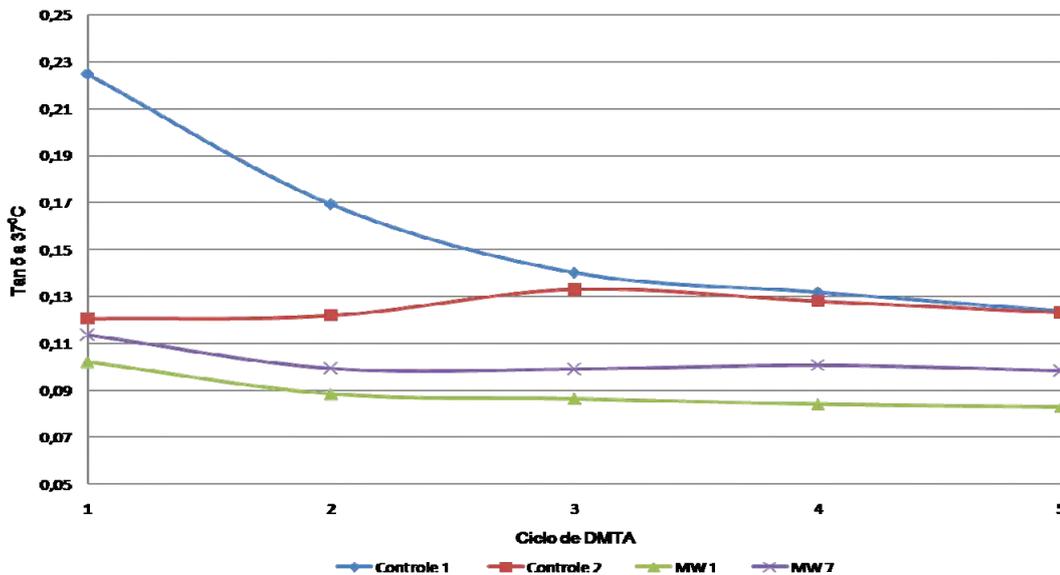


FIGURA 17 - Resultados de $\tan \delta$ a 37°C do material K para cada condição experimental e para cada ciclo de DMTA.

A partir da Figura 17, pode ser observado que as diferenças entre os resultados dos grupos experimentais foram reduzidas após cada ciclo consecutivo de DMTA. Dentro do grupo Controle 1, a redução do valor de $\tan \delta$ do material K foi acentuada durante os 3 primeiros ciclos de DMTA, não tendo esse efeito sido observado nos corpos-de-prova do grupo Controle 2. Entre o primeiro e o segundo ciclo de DMTA, uma ligeira redução dos valores de $\tan \delta$ foi observada após um ou 7 ciclos de irradiação por microondas.

Máximo de δ

O resumo da análise de variância dos valores máximos de δ é apresentado na Tabela 11 cujos resultados demonstram o efeito significativo dos fatores Material ($P < 0,001$), Condição experimental ($P = 0,031$) e da interação entre Material e Condição experimental ($P = 0,005$). A Tabela 12 exhibe os valores de média de máximo de δ da interação Material x Condição experimental, bem como os resultados do teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha = 0,05$).

Tabela 11 – Resumo da análise de variância relativa ao máximo de δ

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	p
Material (M)	3	0,402	425,300	<0,001
Condição (C)	3	3,589	3,800	0,031
M * C	9	4,122	4,365	0,005
Erro	16	9,445		

Tabela 12 – Valores de média do máximo de δ para a interação Material x Condição experimental

	Controle 1	MW1	Controle 2	MW7
L	1,338 A ^a	1,348 A ^a	1,334 A ^a	1,304 A ^a
VW	1,446 B ^a	1,405 A ^{ab}	1,321 A ^b	1,332 AB ^b
K	1,307 A ^a	1,420 A ^b	1,332 A ^{ab}	1,434 B ^b
TR II	0,909 C ^a	0,925 B ^a	0,904 B ^a	0,918 C ^a

Letras maiúsculas iguais, no sentido vertical, e letras minúsculas iguais, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente iguais entre si.

Por meio da Tabela 12, observa-se que um ciclo de irradiação por microondas aumentou significativamente o valor máximo de $\tan \delta$ de K ($P < 0,05$). Quando os grupos Controle 2 e MW7 foram comparados, nenhuma diferença significativa foi encontrada, independente do material utilizado ($P > 0,05$). Após a armazenagem em água por 7 dias, VW exibiu uma redução significativa do valor médio do máximo de $\tan \delta$ ($P < 0,05$).

Independente das condições experimentais, TR II exibiu o menor valor do máximo de $\tan \delta$ ($P < 0,05$). Dentro do grupo Controle 1, VW mostrou o maior valor máximo de $\tan \delta$ ($P < 0,05$). Nenhuma diferença estatisticamente significativa foi observada entre L e K ($P > 0,05$). Dentro dos grupos Controle 2 e MW1, nenhuma diferença estatisticamente significativa nos valores de máximo de $\tan \delta$ foi encontrada entre L, VW e K ($P > 0,05$). Após a irradiação diária por microondas durante 7 dias, K produziu valor máximo de $\tan \delta$ similar a VW e maior que L ($P < 0,05$). Não foram encontradas diferenças significantes entre os valores de média de máximo de $\tan \delta$ das resinas acrílicas para base de prótese L e VW ($P > 0,05$).

Temperatura de transição vítrea (Tg)

A Tabela 13 apresenta o resumo da análise de variância dos valores de Tg, Pode-se observar o efeito significativo dos fatores Material ($P < 0,001$), Condição experimental ($P < 0,001$) e da interação entre Material e Condição experimental ($P < 0,001$). Os valores de média de Tg da interação Material x

Condição experimental e os resultados do teste de Student-Newman-Keuls ($\alpha=0,05$) são exibidos na Tabela 14.

Tabela 13 – Resumo da análise de variância relativa à temperatura de transição vítrea (T_g)

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	p
Material (M)	3	2633,187	8061,255	<0,001
Condição (C)	3	41,124	125,898	<0,001
M * C	9	10,370	31,748	<0,001
Erro	16	0,327		

Tabela 14 – Valores de média da temperatura de transição vítrea (T_g) para a interação Material x Condição experimental

Material	Controle 1	MW1	Controle 2	MW7
L	127,5 A ^{ab}	128,4 A ^b	125,6 A ^c	126,4 A ^{ac}
VW	118,4 B ^a	116,3 B ^b	114,1 B ^c	118,1 B ^a
K	90,7 C ^a	92,2 C ^b	80,7 C ^c	88,5 C ^d
TR II	97,5 D ^a	97,0 D ^a	94,3 D ^b	92,9 D ^c

Letras maiúsculas iguais, no sentido vertical, e letras minúsculas iguais, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente iguais entre si.

A partir da interpretação da Tabela 14, pode-se verificar que um ciclo de irradiação por microondas reduziu significativamente a T_g de VW e aumentou a T_g de K ($P < 0,05$). Quando os grupos Controle 2 e MW7 foram comparados, foi observado que a irradiação diária por microondas aumentou significativamente a T_g de VW e K, tendo reduzido a T_g de TR II ($P < 0,05$). Independente dos materiais avaliados, uma redução da T_g foi observada após 7 dias de armazenagem em água ($P < 0,05$). Independente das condições experimentais, foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre os valores de média de T_g dos materiais, podendo os resultados ser ordenados como: $L > VW > TR II > K$ ($P < 0,05$).

Discussão

A decorative graphic consisting of several overlapping, wavy lines in red, blue, purple, and green, extending to the right of the word 'Discussão'.

6 Discussão

No presente estudo, DMTA foi realizada para avaliar o efeito da desinfecção por microondas (650W/ 3min) sobre as propriedades viscoelásticas das resinas para base de prótese e reembasamento imediato. Esta técnica foi escolhida devido a sua alta sensibilidade aos processos de relaxação macroscópico e molecular da cadeia polimérica, em relação às técnicas convencionais de análise térmica¹⁶. O protocolo de irradiação por microondas utilizado neste estudo foi baseado em estudos prévios nos quais 3 min de irradiação por microondas esterilizou resinas contaminadas com microorganismos patogênicos^{18,31}.

De maneira geral, as propriedades viscoelásticas de L, VW e TR II não foram comprometidas após armazenagem em água ou irradiação por microondas. Estudos prévios têm demonstrado resultados contraditórios com relação ao efeito da irradiação por microondas sobre as propriedades físico-mecânicas de resinas acrílicas. Tem sido observado que a resistência à flexão de duas resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato diminuiu após a irradiação por microondas (650W/6 min)²⁴. O mesmo protocolo de irradiação aumentou a contração de bases de prótese intactas e reembasadas³², e a sorção de água de uma resina para base de prótese e de quatro resinas para reembasamento imediato^{10,33}. Por outro lado, a força máxima de fratura de resinas para base de prótese, intactas ou reembasadas, não foram alteradas após um ou 7 ciclos de irradiação por microondas³³. Durante a irradiação por microondas, os processos de sorção de água, solubilidade, lixiviação de monômero e pós-polimerização podem ocorrer simultaneamente, podendo ser considerados fatores que podem alterar as

propriedades físico-mecânicas e viscoelásticas dos materiais. A maioria dos estudos que demonstraram efeitos deletérios da irradiação por microondas sobre as propriedades físico-mecânicas de resinas para base de prótese e reembasamento, foram realizados com 6 min de irradiação. Com base nos resultados das curvas de tempo-temperatura e T_g , pode ser observado que, nos estudos anteriores, os corpos-de-prova permaneceram acima ou próximo da T_g dos materiais por, no mínimo, 3 min, tempo consideravelmente maior do que no presente estudo. Esse fator poderia explicar os efeitos deletérios da irradiação por microondas sobre as propriedades físico-mecânicas de algumas resinas para base de prótese e reembasamento, relatados na literatura.

Os resultados do presente estudo demonstrou aumento de E' e redução de $\tan \delta$ a 37°C (primeiro ciclo de DMTA) do material K, após um ou 7 ciclos de irradiação por microondas e após armazenagem em água por 7 dias. Esses resultados poderiam estar, parcialmente, relacionados à pós-polimerização do monômero residual presente nesse material. Tem sido demonstrado que a magnitude da pós-polimerização depende da eficiência da conversão original do material polimerizado⁴⁵ e, de acordo com o estudo de Urban et al.⁴¹, o material K apresentou maior porcentagem de monômero residual (1,52%) em relação a quatro resinas acrílicas para reembasamento imediato e uma resina acrílica para base de prótese L (0,08%). Os autores observaram, ainda, uma redução do conteúdo de monômero residual do material K após imersão em água aquecida a 55°C ou irradiação por microondas a seco (500W/5 min). Outros estudos demonstraram que essa redução melhorou as propriedades de dureza⁵, resistência

à flexão^{35,42} e propriedades viscoelásticas de resinas acrílicas¹⁴. Além disso, tem sido evidenciado que a resistência à flexão do material K pode ser aumentada após a irradiação por microondas utilizando diferentes combinações de tempo-potência^{24,33,46}. Esses resultados estão de acordo com as observações do presente estudo que indicam o aumento da rigidez do material K após a irradiação por microondas. Com base nas curvas de tempo-temperatura obtidas durante a irradiação por microondas, pode ser observado que a T_g das resinas para reembasamento imediato foi atingida durante os últimos 50s de irradiação. Temperaturas elevadas aumentam a mobilidade do monômero residual que estava imóvel na cadeia polimérica³⁴, resultando, assim, em maior grau de conversão⁹. Dessa forma, é possível que um processo de polimerização adicional ocorrido com o material K, superando qualquer efeito deletério causado pelas moléculas de água absorvidas durante a irradiação por microondas. Além disso, os resultados dos corpos-de-prova do material K também poderiam ser atribuídos à lixiviação do monômero residual para a água durante o processo de irradiação⁴¹.

A estabilidade das propriedades viscoelásticas dos materiais L, VW e TR II, após a irradiação por microondas, podem estar relacionados à composição química e ao grau de conversão desses materiais. Tem sido demonstrado que a elevada temperatura de polimerização utilizada em resinas para base de prótese facilita a movimentação molecular da cadeia²⁸. Isto freqüentemente resulta em maior grau de conversão e menor conteúdo de monômero residual em resinas termicamente ativadas do que em resinas quimicamente ativadas^{41,43,45}. Além disso, o líquido das resinas de base de prótese e da resina TR II contém agente de

ligação cruzada do tipo dimetacrilato. As resinas de base de prótese contêm etileno glicol dimetacrilato (EGDMA) como agente de ligação cruzada, e o fabricante de TR II informa que esse material contém 39% do agente de ligação cruzada 1,9-nonanediol dimetacrilato. Os dimetacrilatos promovem maior grau de conversão quando comparados aos monômeros monofuncionais²⁹, como o isobutil metacrilato contido no líquido do material K. Sabe-se que o monômero não reagido pode atuar como plastificante, aumentando a resiliência²⁶ e reduzindo a resistência da resina polimerizada³⁷. Além disso, um estudo prévio³³ demonstrou que a irradiação por microondas pode acelerar o processo de absorção de água em resinas para base de prótese e reembasamento, e o efeito plastificante das moléculas de água absorvidas sobre as propriedades mecânicas dos polímeros é comprovado pela literatura^{3,38}. Provavelmente, os efeitos de pós-polimerização e absorção de água foram superpostos, indicando que o comportamento preciso dos materiais L, VW e TR II foi dependente da sua composição química e do grau de conversão¹⁶.

Por meio do último ciclo de DMTA, pôde ser observado que um ciclo de irradiação por microondas reduziu $\tan \delta$ a 37°C dos materiais K e TR II. A habilidade de re-examinar os corpos-de-prova submetidos à DMTA, utilizando-se mais de um ciclo de aquecimento, é um fator significativo para a compreensão do comportamento dos mesmos frente às diferentes condições de tratamento¹⁶. No último ciclo, todos os corpos-de-prova foram, provavelmente, testados considerando que os mesmos estavam totalmente pós-polimerizados. O aumento gradual da temperatura durante o DMTA induz o efeito de pós-polimerização, e a

magnitude disto será dependente da eficiência da conversão original dos polímeros¹⁶. Conseqüentemente, $\tan \delta$ irá demonstrar irregularidades térmicas como conseqüência dessa conversão incompleta. Provavelmente, a redução de $\tan \delta$ observada para os materiais K e TR II poderia estar relacionada à pós-polimerização induzida pelo aquecimento durante a irradiação por microondas. Resultados semelhantes foram observados para o material K após a irradiação diária por microondas.

Os resultados de $\tan \delta$ a 37°C parecem lógicos, pois, abaixo da T_g os polímeros estavam em um estado vítreo, onde a movimentação molecular é dificultada. Entretanto, quando aquecidos, há um aumento da mobilidade dos segmentos da cadeia principal, permitindo que o polímero se flexione em função da habilidade da ligação covalente em resistir essas forças³⁹. Esses fatores podem contribuir para o entendimento das diferenças entre os resultados de $\tan \delta$ obtidos a 37°C e aqueles obtidos em temperaturas elevadas. Como os resultados do máximo de $\tan \delta$ foram coletados do último ciclo de DMTA, esses materiais estavam, provavelmente, polimerizados completamente. Nesta condição, entretanto, um ciclo de irradiação por microondas aumentou o valor máximo de $\tan \delta$ de K. Esses resultados poderiam estar relacionados ao efeito plastificante das moléculas de água absorvidas durante a irradiação por microondas³³. Por outro lado, após a armazenagem em água por 7 dias, uma redução no máximo de $\tan \delta$ foi observada para o material VW. Esses resultados sugerem que os mecanismos de polimerização adicional e lixiviação do monômero residual poderiam ter compensado o efeito deletério da água absorvida por esse material durante o

período de armazenagem. TRII apresentou o menor valor de máximo de $\tan \delta$ em todas as condições experimentais. Um fator que pode ter influenciado esses resultados é a presença de alta porcentagem de agente de ligação cruzada (39%) no seu líquido. Sabe-se que o agente de ligação cruzada aumenta E' e a T_g de um polímero por meio da restrição do movimento da sua cadeia molecular³⁹. Estes resultados estão de acordo com os estudos mencionados anteriormente^{3,23}, onde o módulo flexural de algumas resinas acrílicas foi aumentado por meio da adição de agente de ligação cruzada.

Os resultados do primeiro e do último ciclo de DMTA demonstraram que as resinas acrílicas L e VW produziram maior E' e menor $\tan \delta$ a 37°C do que as resinas K e TR II. Esses resultados estão de acordo como estudo de Murata et al¹⁹., em que as propriedades viscoelásticas de duas resinas termicamente ativadas para base de prótese foram maiores do que aquelas de 8 resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato. Da mesma forma, vários estudos têm demonstrado que resinas para reembasamento imediato apresentam propriedades físico-mecânicas menores do que as resinas para base de prótese^{24,33,37,38,46}. Conforme discutido anteriormente, esses resultados devem ser atribuídos às diferenças na conversão e composição química dos materiais avaliados. Entretanto, TR II produziu E' semelhante às resinas de base de prótese L e VW, quando analisado na T_g . Provavelmente, o agente de ligação cruzada pode ter limitado a movimentação das cadeias moleculares no interior da matriz polimérica, de maneira que o efeito do tratamento térmico empregado fosse menos pronunciado¹⁷. Como o material K não contém agente de ligação cruzada

em sua composição, as relaxações moleculares podem ter ocorrido com maior facilidade durante o aquecimento, diminuindo seu valor de E' na T_g .

Independente dos materiais utilizados, uma redução da T_g foi observada após armazenagem em água. Esses resultados poderiam estar relacionados ao efeito plastificante das moléculas de água absorvidas, conforme observado por Saber-Sheikh et al³⁰. O efeito da irradiação por microondas sobre a T_g variou de acordo com o material testado. Um ciclo de irradiação por microondas aumentou a T_g de K e reduziu a T_g de VW. A irradiação diária por microondas durante 7 dias aumentou a T_g de VW e K, e reduziu a T_g de TR II. Os processos de lixiviação do monômero residual para a água, pós-polimerização e absorção de água, induzidos pela irradiação por microondas, podem ter exercido um papel importante sobre a T_g desses materiais. Possivelmente, quando os efeitos de pós-polimerização e lixiviação do monômero residual sobrepuseram o efeito plastificante das moléculas de água absorvidas, um aumento da T_g foi observado. Entretanto, uma redução da T_g seria observada quando a situação inversa ocorresse. Independente das condições experimentais, a T_g dos materiais poderia ser ordenada da seguinte forma: L>VW>TR II>K. Esses resultados eram esperados, tendo em vista que um grau de conversão consideravelmente maior tem sido observado nas resinas termicamente ativadas em comparação com aquelas quimicamente ativadas^{28,43}. Uma das propriedades das resinas acrílicas que pode ser influenciada pela presença de monômero residual é a T_g . Além disso, tem sido observado que polímeros com agente de ligação cruzada são menos flexíveis e possuem maior T_g em relação àqueles que não possuem agentes de

ligação cruzada^{1,23}. Assim, a baixa T_g demonstrada pelo material K, poderia ser atribuída à ausência de agente de ligação cruzada em sua composição. Segundo Ruyter, Svendsen²⁹, o aumento da distância entre os grupos pendentes metacrilato torna-os mais reativos, contribuindo para uma polimerização mais completa. Conseqüentemente, alto grau de conversão pode ser esperado, resultando em aumento da T_g . Apesar da semelhança na composição química, as resinas termicamente ativadas para base de prótese L e VW apresentam diferentes ciclos de polimerização. A resina L foi polimerizada por meio de banho de água, com aquecimento controlado, enquanto que a resina VW foi polimerizada por meio de irradiação por microondas. Tem sido demonstrado que a polimerização de resinas por meio de microondas não permite um ciclo terminal de polimerização com temperatura constante, resultando em maior quantidade de monômero residual na resina acrílica^{4,12,45}. Esse monômero residual pode atuar como plastificante da cadeia polimérica da resina VW¹³; resultando em menor T_g em comparação com a resina L.

Segundo Murata et al¹⁹., um reembasador imediato “ideal” deveria apresentar alto valor de E' e baixo valor de $\tan \delta$, sendo desejável que o material retornasse às suas dimensões iniciais imediatamente após a remoção de carga. De maneira geral, os resultados de DMTA demonstraram que a resina TR II exibiu propriedades viscoelásticas mais próximas do “ideal” e atuou de forma semelhante às resinas acrílicas para base de prótese. A interpretação dos resultados do presente estudo deve ser realizada de maneira criteriosa, pois os corpos-de-prova foram testados a seco durante os ciclos de DMTA, não tendo as

condições clínicas sido completamente simuladas. Além disso, considerando que as composições das resinas para base de prótese e reembasamento variam consideravelmente entre si, a análise de maior número de materiais seria recomendável nos próximos estudos. Os efeitos de períodos mais longos de armazenagem em água e irradiação por microondas sobre as propriedades viscoelásticas de resinas para bases de prótese reembasadas também deveriam ser considerados em investigações futuras.

Conclusão

A decorative graphic consisting of several overlapping, smooth, wavy lines in various colors (red, blue, purple, green) that flow from left to right, ending in a small peak and then tapering off.

7 Conclusão

Com base nas limitações do presente estudo, concluímos que:

1. Durante a irradiação por microondas, todos os materiais atingiram a temperatura de ebulição da água.
2. No geral, a armazenagem em água e a irradiação por microondas não afetaram de forma nociva as propriedades viscoelásticas das resinas para base de prótese e reembasamento avaliadas;
3. As resinas acrílicas termoativadas para base de prótese apresentaram maior rigidez e menores características de viscosidade do que as resinas quimicamente ativadas para reembasamento imediato;
4. Independente dos materiais, uma redução da T_g foi observada após 7 dias de armazenagem em água.

Referências



8 Referências*

1. Alves NM, Ribelles JLG, Mano JF. Enthalpy relaxation studies in polymethyl methacrylate networks with different crosslinking degrees. *Polymer*. 2005; 46:491-504.
2. American National Standard Institute. American Dental Association. Revised American National Standard/American Dental Association Specification nº 12 for denture base polymer. Chicago: ADA; 1975.
3. Arima T, Murata H, Hamada T. Properties of highly cross-linked autopolymerizing reline acrylic resins. *J Prosthet Dent*. 1995; 73:55-9.
4. Azzarri MJ, Cortizo MS, Alessandrini JL. Effect of the curing conditions on the properties of an acrylic denture base resin microwave-polymerised. *J Dent*. 2003; 31:463-8.
5. Blagojevic V, Murphy VM. Microwave polymerization of denture base materials. A comparative study. *J Oral Rehabil*. 1999; 26:804-8.
6. Canevarolo SVJ. Análise dinâmico-mecânica para sistemas poliméricos. Parte 1 – O amortecimento ($Tan\delta$). *ABPol*, 1991; 6:36-40.
7. Canevarolo SVJ. Análise térmica dinâmico-mecânica. In: Canevarolo SVJ (Org.). *Técnicas de caracterização de polímeros*. São Carlos: Artliber; 2004. Cap. 13, p. 263-84.

*De acordo com o estilo Vancouver. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

8. Clarke RL. Dynamic mechanical thermal analysis of dental polymers. I. Heat-cured poly(methyl methacrylate)-based materials. *Biomater.* 1989; 10:494-8.
9. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res.* 1986; 20:121-31.
10. Gonçalves AR, Machado AL, Giampaolo ET, Pavarina AC, Vergani CE. Linear dimensional changes of denture base and hard chair-side reline resins after disinfection. *J Appl Polymer Sci.* 2006; 102:1821-6.
11. Harris JS, Jacobsen PH, O'doherty DM. The effect of curing light intensity and test temperature on the dynamic mechanical properties of two polymer composites. *J. Oral Rehabil.* 1999; 26:635-9.
12. Harrison A, Huggett R. Effect of the curing cycle on residual monomer levels of acrylic resin denture base polymers. *J Dent.* 1992; 20:370-4.
13. 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.
14. Inoue K. Effect of residual monomer on viscoelastic properties of pour denture base resins. *Dent Mater,* 1983; 2:192-7.
15. International Organization for Standardization. Specification 1567: denture base polymers. 2nd ed. Switzerland: ISO, 1998.
16. Jacobsen PH, Darr AH. Static and dynamic moduli of composite restorative materials. *J Oral Rehabil.* 1997; 24:265-73.

17. Mesquita RV, Geis-Gerstorfer J. Influence of temperature on the viscoelastic properties of direct and indirect dental composite resins. *Dent Mater.* 2008; 24:623-32.
18. Mima EG, Pavarina AC, Neppelenbroek KH, Vergani CE, Spolidorio DM, Machado AL. Effect of different exposure times on microwave irradiation on the disinfection of a hard chairside reline resin. *J Prosthodont.* 2008; 17:312-7.
19. Murata H, Seó RS, Hamada T, Polyzois GL, Frangou MJ. Dynamic mechanical properties of hard, direct denture reline resins. *J Prosthet Dent.* 2007; 98:319-26.
20. Murata H, Taguchi N, Hamada T, Kawamura M, McCabe JF. Dynamic viscoelasticity of soft liners and masticatory function. *J Dent Rest.* 2002; 81:123-8.
21. Neppelenbroek KH, Pavarina AC, Palomari SDM, Sgavioli EM, Spolidorio LC, Vergani CE. Effectiveness of microwave disinfection of complete dentures on the treatment of Candida-related denture stomatitis. *J Oral Rehabil.* 2008; 35: 836-46.
22. Neppelenbroek KH, Pavarina AC, Spolidorio DM, Vergani CE, Mima EG, Machado AL. Effectiveness of microwave sterilization on three hard chairside reline resins. *Int J Prosthodont.* 2003; 16:616-20.
23. Oysaed H. Dynamic mechanical properties of multiphase acrylic systems. *J Biomed Mater Res.* 1990; 24:1037-48.
24. Pavarina AC, Neppelenbroek KH, Guinesi AS, Vergani CE, Machado AL, Giampaolo ET. Effect of microwave disinfection on the flexural strength of hard chairside reline resins. *J Dent.* 2005; 33:741-8.

25. Pert E, Carmel Y, Birnboim A, Olorunwolemi T, Gershon D, Calame J, Lloyd IK, Wilson OCJ. Temperature measurements during microwave processing: The significance of thermocouple effects. *J Am Ceram Soc.* 2001; 84:1981-6.
26. Phoenix RD, Manusetto MA, Ackerman NA, Jones RE. Evaluation of mechanical and thermal properties of commonly used denture base resins. *J Prosthodont.* 2004; 13:17-27.
27. Reis JM, Vergani CE, Pavarina AC, Giampaolo ET, Machado AL. Effect of relining, water storage and cyclic loading on the flexural strength of a denture base acrylic resin. *J Dent.* 2006; 34:420-6.
28. Ruyter IE, Øysaød H. Conversion in denture base polymers. *J Biomed Mater Res,* 1982; 16: 741-54.
29. Ruyter IE, Svendsen SA. Flexural properties of denture base polymers. *J Prosthet Dent,* 1980; 43: 95-104.
30. Saber-Sheikh K, Clarke RL, Braden M. Viscoelastic properties of some soft lining materials. II-Ageing characteristics. *Biomaterials.* 1999; 20:2055-62.
31. Sanita PV, Vergani CE, Giampaolo ET, Pavarina AC, Machado AL. Growth of *Candida* species on complete dentures: effect of microwave disinfection. *Mycoses.* 2009; 52: 154-60.
32. Seó RS, Vergani CE, Pavarina AC, Compagnoni MA, Machado AL. Influence of microwave disinfection on the dimensional stability of intact and relined acrylic resin denture bases. *J Prosthet Dent.* 2007; 98:216-23.

33. Seó RS, Vergani CE, Giamapaolo ET, Pavarina AC, Reis JMSN, Machado AL. Effect of disinfection by microwave irradiation on the strength of intact and relined denture bases and the water sorption and solubility of denture base and reline materials. *J Appl Polymer Sci.* 2008; 107:300- 8.
34. Sideridou I, Achilias DS, Kyrikou E. Thermal expansion characteristics of light-cured dental resins and resin composites. *Biomaterials.* 2004; 25:3087-97.
35. Shim JS, Watts DC. Residual monomer concentrations in denture base acrylic resin after an additional, soft-liner, heat-cure cycle. *Dent Mater.* 1999; 15:296-300.
36. Silva MM, Vergani CE, Giampaolo ET, Neppelenbroek, Spolidorio DM, Machado AL. Effectiveness of microwave irradiation on the disinfection of complete dentures. *Int J Prosthodont.* 2006; 19:288-93.
37. Takahashi Y, Chai J, Kawaguchi M. Effect of water sorption on the resistance to plastic deformation of a denture base material relined with four different denture reline materials. *Int J Prosthodont.* 1998; 11:49-54.
38. Takahashi Y, Chai J, Kawaguchi M. Equilibrium strengths of denture polymers subjected to long-term water immersion. *Int J Prosthodont.* 1999; 12:348-352.
39. Tamaraselvy KR, Rueggeberg F.A. Dynamic mechanical analysis of two crosslinked copolymer systems. *Dent Mater.* 1994; 10:290-7.
40. Thomas CJ, Webb BC. Microwaving of acrylic resin dentures. *Eur J Prosthodont Rest Dent.* 1995; 3:179-82.
41. Urban VM, Machado AL, Oliveira RV, Vergani CE, Pavarina AC, Cass QB. Residual monomer of reline acrylic resins. Effect of water-bath and microwave post-polymerization treatments. *Dent Mater.* 2007; 23:363-8.

42. Urban VM, Machado AL, Vergani CE, Giampaolo ET, Pavarina AC, Almeida FG, et al. Residual monomer of reline acrylic resins. Effect of water-bath post-polymerization on the mechanical properties, degree of conversion, and leaching of residual compounds of hard chairside reline resins. *Dent Mater.* 2009; 25:662-7.
43. Vallittu PK. The effect of surface treatment of denture acrylic resin on the residual monomer content and its release into water. *Acta Odontol Scand.* 1996; 54: 188-92.
44. Vallittu PK, Miettinen V, Alakuijala P. Residual monomer content and its release into water from denture base materials. *Dent Mater.* 1995; 11:338-42.
45. Vallittu PK, Ruyter IE, Buykuilmaz S. Effect of polymerization temperature and time on the residual monomer content of denture base polymers. *Eur J Oral Sci.* 1998; 106:588-93.
46. Vergani CE, Seó RS, Pavarina AC, Reis JMSN. Flexural strength of autopolymerizing denture reline resins with microwave postpolymerization treatment. *J Prosthet Dent.* 2005; 93:577-83.
47. Waters M, Jagger R, Williams K, Jerolimov V. Dynamic mechanical thermal analysis of denture soft lining materials. *Biomaterials.* 1996; 17:1627-30.
48. Wetton RE, Marsh RDL, Van-de-Velde JG. Theory and application of dynamic mechanical thermal analysis. *Thermochimica Acta.* 1991; 175:1- 11.

Apêndice

A decorative graphic consisting of several overlapping, smooth, bell-shaped curves in various colors (red, blue, green, purple) that extend from the end of the word 'Apêndice'.

9 Apêndice

9.1 Apêndice A

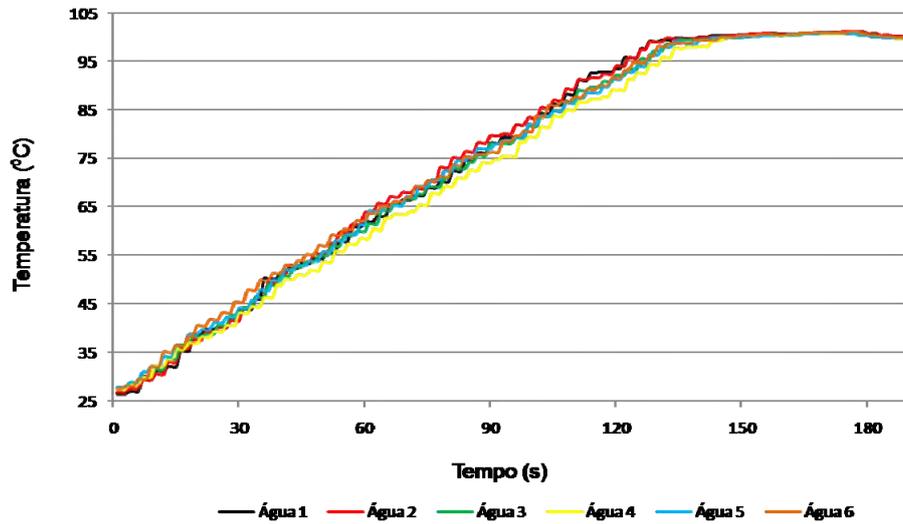


FIGURA A1- Curvas tempo-temperatura da água durante a irradiação por microondas.

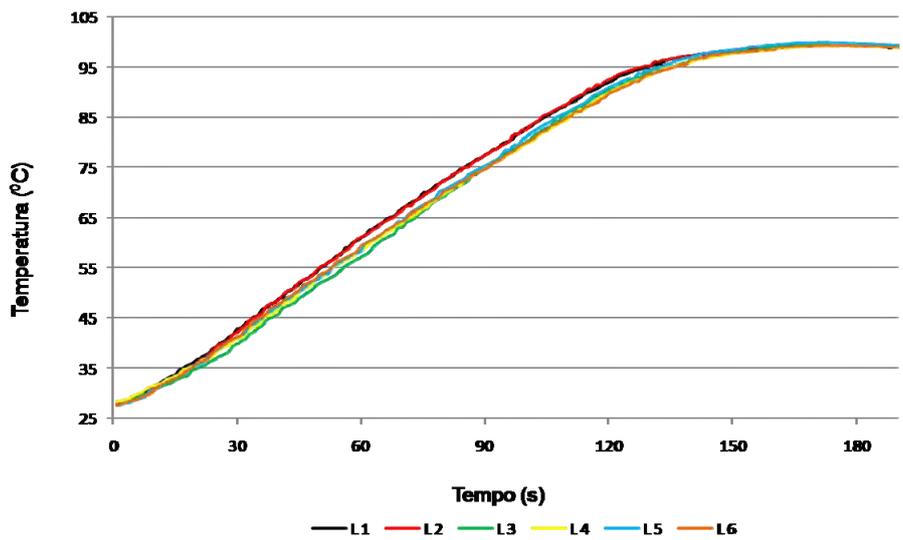


FIGURA A2- Curvas tempo-temperatura dos corpos-de-prova do material L durante a irradiação por microondas.

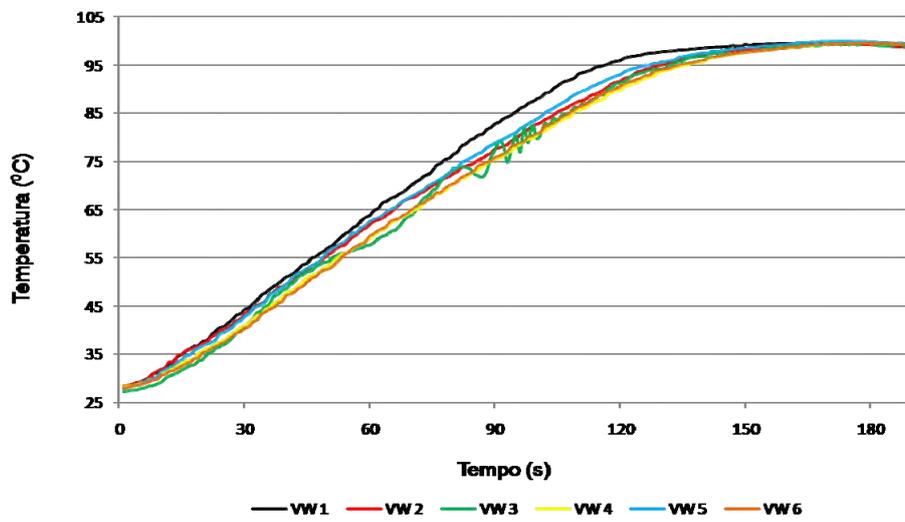


FIGURA A3- Curvas tempo-temperatura dos corpos-de-prova do material VW durante a irradiação por microondas.

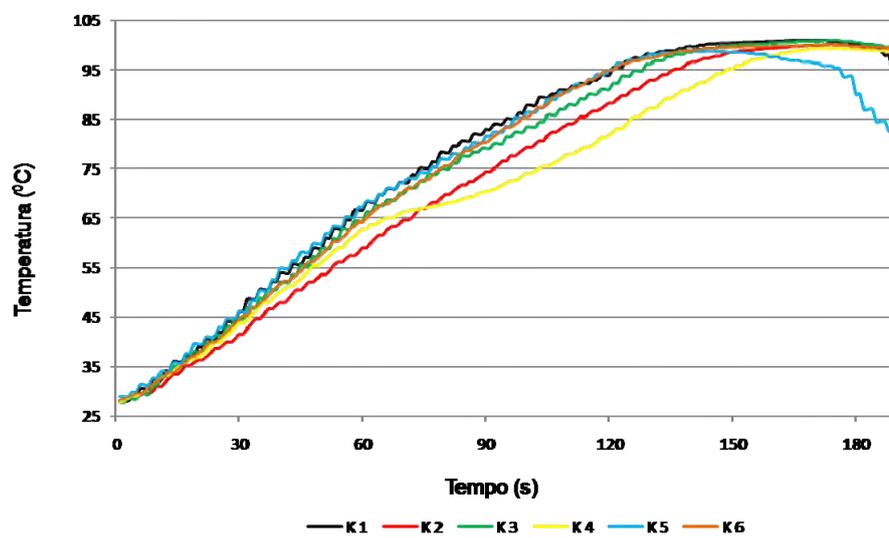


FIGURA A4- Curvas tempo-temperatura dos corpos-de-prova do material K durante a irradiação por microondas.

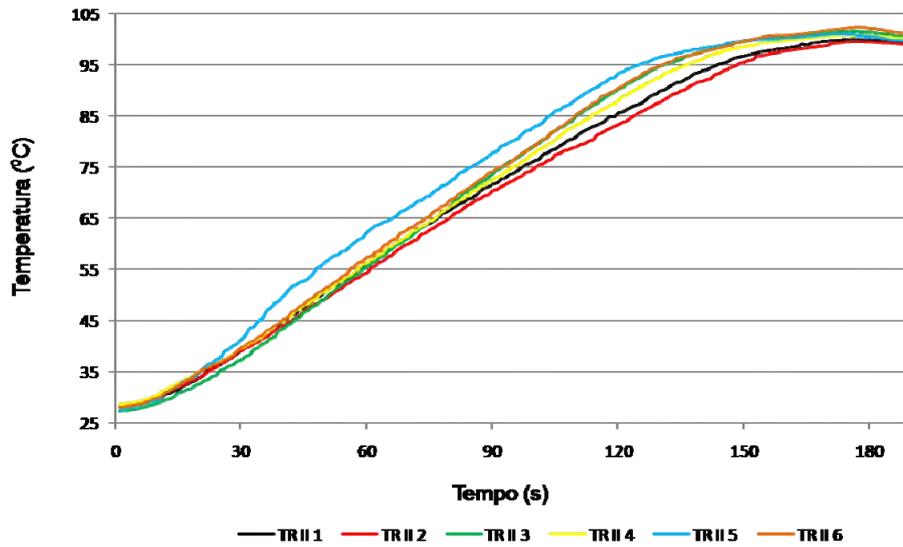


FIGURA A5- Curvas tempo-temperatura dos corpos-de-prova do material TR II durante a irradiação por microondas.

9.2 Apêndice B

Tabela B1- Valores originais de Log E' a 37°C do primeiro ciclo de DMTA, para os corpos-de-prova dos materiais L, VW, K e TRII, de acordo com os diferentes grupos experimentais

Corpo-de-prova	Controle 1	MW 1	Controle 2	MW7
L1	9,261	9,172	9,229	9,234
L2	9,245	9,241	9,257	9,247
VW1	9,184	9,159	9,247	9,230
VW2	9,228	9,225	9,266	9,211
K1	8,902	9,068	9,018	9,030
K2	8,798	9,081	9,013	9,045
TR II 1	8,991	9,020	9,006	8,968
TR II 2	8,998	8,999	9,029	8,992

Tabela B2- Valores originais de $\tan \delta$ a 37°C do primeiro ciclo de DMTA, para os corpos-de-prova dos materiais L, VW, K e TRII, de acordo com os diferentes grupos experimentais

Corpo-de-prova	Controle 1	MW 1	Controle 2	MW7
L1	0,066	0,078	0,069	0,081
L2	0,068	0,071	0,069	0,077
VW1	0,074	0,082	0,068	0,079
VW2	0,068	0,074	0,066	0,074
K1	0,242	0,103	0,123	0,117
K2	0,208	0,101	0,119	0,111
TR II 1	0,129	0,125	0,113	0,137
TR II 2	0,125	0,130	0,103	0,123

Tabela B3- Valores originais de $\text{Log } E'$ a 37°C do último ciclo de DMTA, para os corpos-de-prova dos materiais L, VW, K e TRII, de acordo com os diferentes grupos experimentais

Corpo-de-prova	Controle 1	MW 1	Controle 2	MW7
L1	9,295	9,261	9,281	9,310
L2	9,276	9,294	9,287	9,305
VW1	9,239	9,223	9,287	9,279
VW2	9,254	9,255	9,292	9,273
K1	9,186	9,104	9,025	9,094
K2	8,991	9,117	9,016	9,062
TR II 1	9,053	9,075	9,027	9,033
TR II 2	9,045	9,056	9,034	9,028

Tabela B4- Valores originais de $\tan \delta$ a 37°C do último ciclo de DMTA, para os corpos-de-prova dos materiais L, VW, K e TRII, de acordo com os diferentes grupos experimentais

Corpo-de-prova	Controle 1	MW 1	Controle 2	MW7
L1	0,065	0,063	0,061	0,063
L2	0,066	0,062	0,064	0,064
VW1	0,067	0,067	0,068	0,066
VW2	0,068	0,066	0,068	0,063
K1	0,124	0,082	0,120	0,092
K2	0,124	0,084	0,127	0,104
TR II 1	0,107	0,099	0,116	0,110
TR II 2	0,108	0,103	0,111	0,108

Tabela B5- Valores originais de Log E' na Tg, para os corpos-de-prova dos materiais L, VW, K e TRII, de acordo com os diferentes grupos experimentais.

Corpo-de-prova	Controle 1	MW 1	Controle 2	MW7
L1	7,135	7,075	7,135	7,203
L2	7,127	7,194	7,195	7,161
VW1	7,022	7,127	7,272	7,194
VW2	7,095	7,101	7,180	7,142
K1	7,132	6,915	7,085	6,986
K2	6,825	6,931	7,046	6,972
TR II 1	7,213	7,157	7,162	7,177
TR II 2	7,165	7,161	7,198	7,193

Tabela B6- Valores originais do máximo de $\tan \delta$, para os corpos-de-prova dos materiais L, VW, K e TRII, de acordo com os diferentes grupos experimentais

Corpo-de-prova	Controle 1	MW 1	Controle 2	MW7
L1	1,340	1,366	1,342	1,308
L2	1,337	1,330	1,326	1,301
VW1	1,492	1,364	1,324	1,346
VW2	1,400	1,447	1,319	1,318
K1	1,255	1,415	1,325	1,430
K2	1,360	1,425	1,339	1,438
TR II 1	0,898	0,938	0,905	0,927
TR II 2	0,919	0,913	0,902	0,910

Tabela B7- Valores originais da temperatura de transição vítrea (T_g), para os corpos-de-prova dos materiais L, VW, K e TRII, de acordo com os diferentes grupos experimentais

Corpo-de-prova	Controle 1	MW 1	Controle 2	MW7
L1	127,6	128,7	125,9	126,0
L2	127,3	128,1	125,3	126,8
VW1	117,7	115,8	113,4	118,0
VW2	119,2	116,9	114,9	118,3
K1	90,6	92,5	81,4	88,4
K2	90,7	92,0	80,1	88,6
TR II 1	97,2	97,2	94,6	93,0
TR II 2	97,7	96,7	94,1	92,9

9.3 Apêndice C

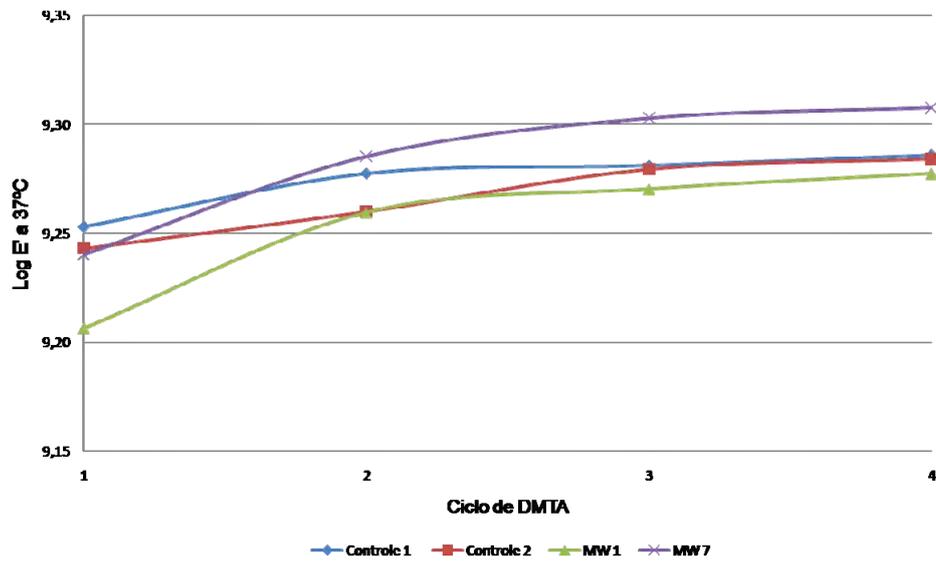


FIGURA C1 - Resultados de Log E' a 37°C do material L para cada condição experimental e para cada ciclo de DMTA.

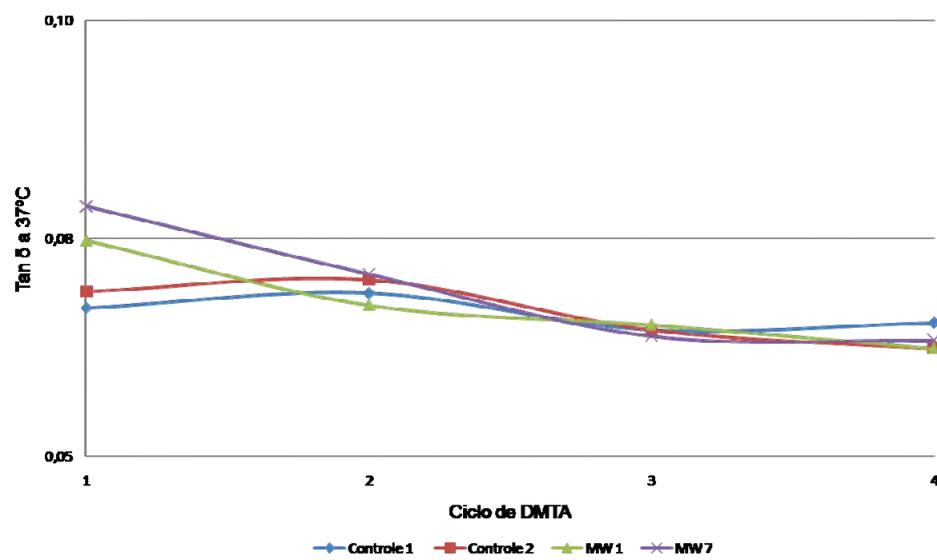


FIGURA C2 - Resultados de tan δ a 37°C do material L para cada condição experimental e para cada ciclo de DMTA.

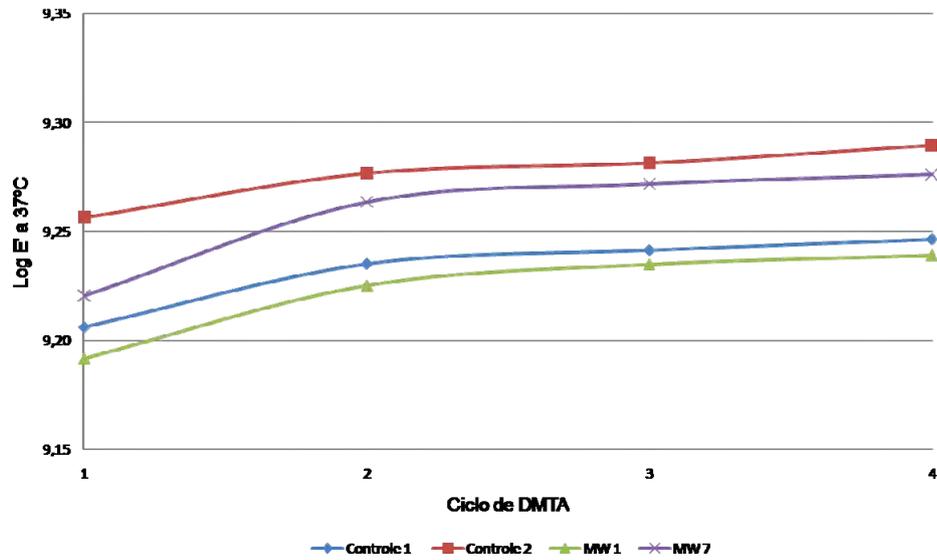


FIGURA C3 - Resultados de Log E'a 37°C do material VW para cada condição experimental e para cada ciclo de DMTA.

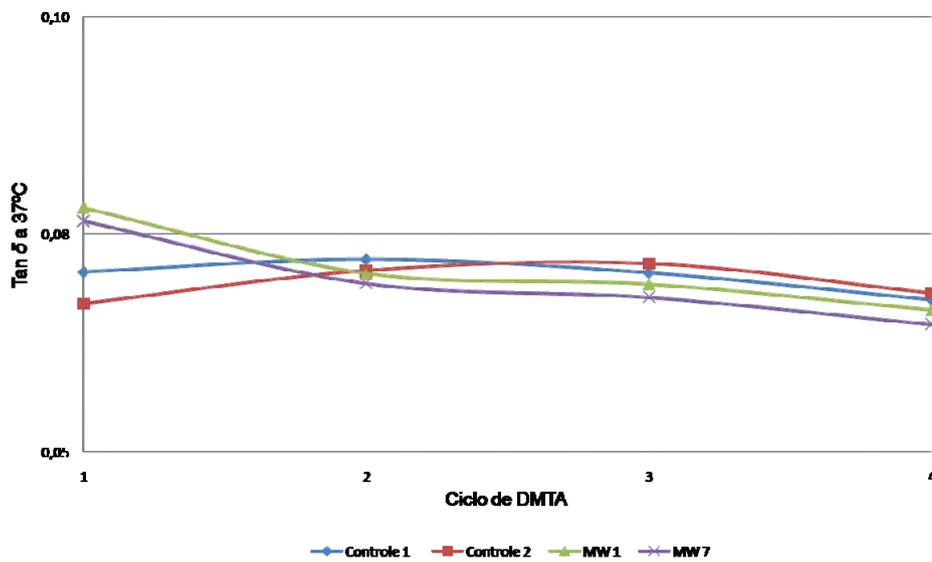


FIGURA C4 - Resultados de tan δ a 37°C do material VW para cada condição experimental e para cada ciclo de DMTA.

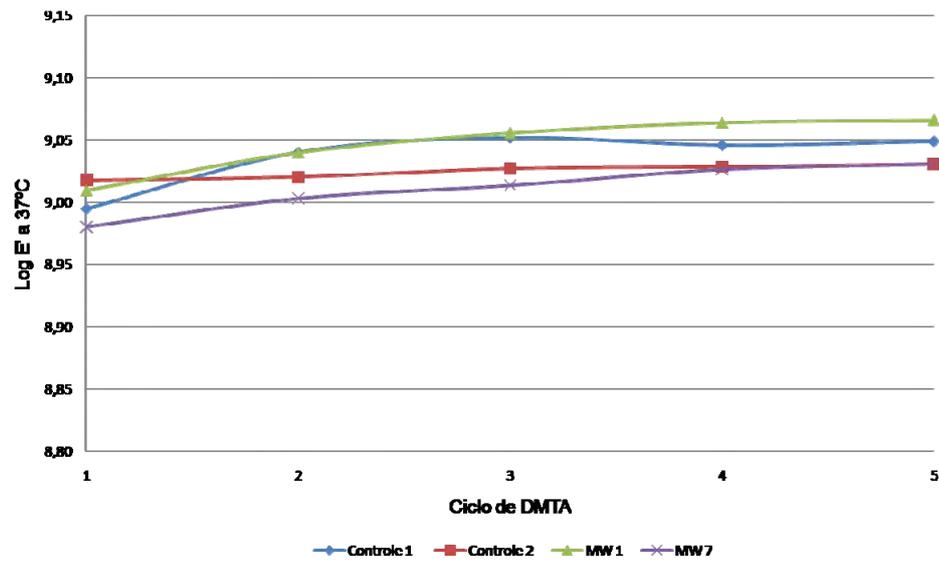


FIGURA C5 - Resultados de Log E' a 37°C do material TR II para cada condição experimental e para cada ciclo de DMTA.

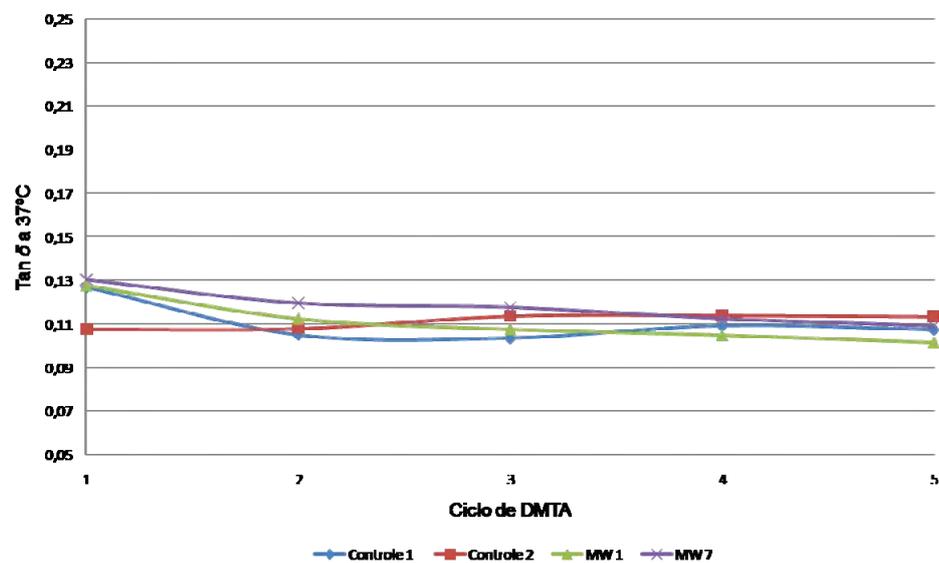


FIGURA C6 - Resultados de tan delta a 37°C do material TR II para cada condição experimental e para cada ciclo de DMTA.

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

Araraquara, 25 de março de 2009.

CARLOS EDUARDO LEÃO LOMBARDO