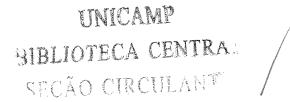


# Faculdade de Odontologia de Piracicaba Universidade Estadual de Campinas - Unicamp



## JOSÉ ANTÔNIO NUNES DE MELLO Cirurgião-Dentista



# Avaliação de propriedades mecânicas e química, de uma resina acrílica polimerizada sob pressão no microondas, utilizando o sistema de injeção

Tese apresentada ao Curso de pós-graduação em Clínica Odontológica, área de Prótese Dental, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de doutor.

PIRACICABA - SP 2001



UNIDADE_ & U
N. CHAMADA:
TIUNICAMY
M489a
V. Ex.
TOMBO BC/ 45160
PROC. 16.39 2101
C D X
PRECO 72\$ 11,00
DATA 06/07/01
N. CPD

CMO0157813-6



# Faculdade de Odontologia de Piracicaba Universidade Estadual de Campinas - Unicamp



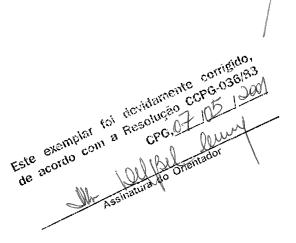
# JOSÉ ANTÔNIO NUNES DE MELLO Cirurgião-Dentista

# Avaliação de propriedades mecânicas e química, de uma resina acrílica polimerizada sob pressão no microondas, utilizando o sistema de injeção

Tese apresentada ao Curso de pós-graduação em Clínica Odontológica, área de Prótese Dental, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de doutor.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Altair A. Del Bel Cury

Banca: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Kátia Olmedo Braun Prof. Dr. Sérgio Sualdini Nogueira Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Renata C. M. Rodrigues Garcia Prof. Dr. Marcelo Ferraz de Mesquita



PIRACICABA - SP 2001

#### Ficha Catalográfica

Mello, José Antônio Nunes de.

M489a

Avaliação de propriedades mecânicas e química, de uma resina acrílica polimerizada sob pressão no microondas, utilizando o sistema de injeção / José Antônio Nunes de Mello. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2001.

71p.:il.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Altair A. Del Bel Cury.
Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

- 1. Microondas. 2. Polimerização. 3. Resinas acrílicas dentárias.
- 4. Resistência dos materiais. I. Del Bel Cury, Altair A. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marilene Girello CRB / 8-6159, da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba / UNICAMP.

# FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, em sessão pública realizada em 14 de Março de 2001, considerou o candidato JOSE ANTONIO NUNES DE MELLO aprovado.

- 1. Profa. Dra. ALTAIR ANTONINHA DEL BEL CURY M. LOU BEL LLUW
- 2. Prof. Dr. SERGIO SUALDINI NOGUEIRA
- 3. Profa. Dra. KATIA OLMEDO BRAUN Kata Braun
- 4. Profa. Dra. RENATA CUNHA MATHEUS RODRIGUES GARCIA

5. Prof. Dr. MARCELO FERRAZ MESQUITA

"Se não houver frutos, valeu a beleza das flores; se não houver flores, valeu a sombra das folhas; se não houver folhas, valeu a intenção das sementes".

Henfill

Dedico este trabalho

A Deus, meu tudo!

À minha família: José Alberto, Maria Izabel, José Carlos, José Luiz, José Ricardo e Ana Cristina, pessoas maravilhosas que sempre me incentivar e transmitiram força e amor nos momentos mais difíceis da vida.

#### AGRADECIMENTO ESPECIAL

À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Altair Antoninha Del Bel Cury, Associada da área de Prótese Parcial Removível da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pelo grande incentivo, pelas orientações no trabalho e na vida.

#### **AGRADECIMENTOS**

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pela oportunidade de realização deste curso.

À Universidade Federal do Amazonas, pela oportunidade de realizar a Pós-Graduação.

À Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação da Universidade do Amazonas pelo apoio concedido.

Aos colegas do Curso de Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde – Universidade Federal do Amazonas, pelo estímulo recebido.

À Prof. Dr. Brenda P. F. de Almeida Gomes, coordenadora do Curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica pela atenção.

Aos Professores Dr. Jaime Aparecido Cury e Dr<sup>a</sup>. Cinthia Machado Tabchoury, do Departamento de Bioquímica Oral da FOP - Unicamp, pela atenção e utilização do Laboratório de Bioquímica Oral.

Ao Prof. Dr. Mário Fernando de Góes, do Departamento de Materiais Dentários da Universidade Estadual de Campinas, pelo uso do laboratório de Materiais Dentários.

Ao Prof. Dr. Marcelo Ferraz de Mesquita pelo uso da máquina de ensaios universal, processo FAPESP 99/04198-0.

À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Rosana Cristina Pereira Parente, do Departamento de Estatística da Universidade do Amazonas, pela realização da análise estatística.

À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Augusta Bessa Rebelo, do Departamento de Estomatologia da Universidade do Amazonas, pela convivência agradável, estímulo ao trabalho e amizade.

À Prof<sup>a</sup>. Solimar Maria Ganzarolli pelo grande apoio e amizade.

À técnica do Laboratório de Prótese Parcial Removível, FOP - Unicamp, Joselena Casati Lodi, pela grande amizade e apoio. Um exemplo de humildade e altruísmo.

Aos técnicos do Laboratório de Bioquímica Oral, FOP - Unicamp, Mariza de Jesus Carlos Soares, Waldomiro Vieira Filho, José Alfredo da Silva, pela ajuda, carinho e amizade.

Ao técnico do Laboratório de Materiais Dentários, Marcos Blanco Cangiani, pela ajuda e orientação no uso dos equipamentos.

Aos colegas de pesquisa do Laboratório de Prótese Parcial Removível da FOP - Unicamp, Bruno Alves, Daniela Botega, Eduardo Carrilho, Eduardo Rocha, Edwin, Frederico Silva, Glauco Zanete, Guilherme Pessanha, Joane Júnior, Juliana Rahal, Juvenil Ferreira, Liliane León, Manoel Tróia, Mauro Nóbilo, Paulo Nadin, Ricardo Zavanelli, Rodrigo Rached, Rosemary Shinkai, Tatiana Bernardon, Tatiana Machado e Viviane Maia pelo grande companheirismo e solidariedade em todos os momentos.

Aos colegas de pesquisa do Laboratório de Bioquímica Oral da FOP - Unicamp Adriana Leme, Carolina Aires, Celso Queiroz, Mitsui Fugimak, Nilza Gonçalves, Roseane Argenta, Silvana Boldrini e Ynara Lima pelo companheirismo.

Aos amigos Rogério, Gizella e Marcella Garcia pela amizade e por serem a minha família no período de pós-graduação. Por um lado, sentia a tristeza de ficar longe da minha família, por outro tive a alegria de ganhar irmãos maravilhosos.

A cirurgiã-dentista Cléia Marinho Vieira e a Prof Cláudia Andréa Correia de Souza, pela amizade e apoio em superar todas as dificuldades.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

Meus sinceros agradecimentos.

### **SUMÁRIO**

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	1
LISTA DE ABREVIATURAS	2
RESUMO	3
ABSTRACT	4
INTRODUÇÃO	6
REVISÃO DA LITERATURA	10
2.1 MONÔMERO RESIDUAL	11
2.2 USO DAS MICROONDAS	18
2.3 SISTEMA DE INJEÇÃO E POLIMERIZAÇÃO SOB PRESSÃO	25
PROPOSIÇÃO	28
METODOLOGIA	30
4.1 Preparo das amostras	31
4.1.1 Divisão dos grupos	31
4.1.2 Matrizes utilizadas	32
4.1.3 Inclusão das matrizes	34
4.1.4 Preenchimento dos moldes	35
4.1.5 Procedimento de acabamento e polimento	<i>37</i>

4.2	AVALIAÇÃO DA LIBERAÇÃO DE MONÔMERO EM ÁGUA	38
4.2	.2.1 Curva de calibração	38
4.2	.2.2 Determinação do monômero	39
4.3	AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO IMPACTO	40
4.4	AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO	40
4.5	AVALIAÇÃO DA MICRODUREZA SUPERFICIAL	42
4.6	Análise estatística	42
RESUI	LTADOS	43
5.1	MONÔMERO RESIDUAL	44
5.2	RESISTÊNCIA AO IMPACTO	45
5.3	RESISTÊNCIA À FLEXÃO	46
5.4	MICRODUREZA SUPERFICIAL	47
DISCU	USSÃO	48
CONC	CLUSÃO	55
REFEI	RÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	57
ANEX	KOS	63
9.1	RESULTADOS	64
9.	0.1.1 Valores do teste de liberação do monômero na água	64
9.	0.1.2 Valores do ensaio de resistência ao impacto	65
9.	0.1.3 Valores do ensaio de resistência à flexão	66

9.1.4	Valores do ensaio de microdureza superficial	67
9.2 An	NÁLISE ESTATÍSTICA	68
9.2.1	Valores do teste de liberação do monômero na água	68
9.2.2	Valores do ensaio de resistência ao impacto	69
9.2.3	Valores do ensaio de resistência à flexão	70
9.2.4	Valores do ensaio de microdureza superficial	71

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

#### TABELAS:

Tabela 1: Grupos de trabalho: inclusão e polimerização	32
Tabela 2: Médias e desvios-padrão da liberação de monômero na água em 24 h (μg/cm²)	44
Γabela 3: Médias e desvios-padrão da energia absorvida (J) no momento da ruptura	45
Γabela 4: Médias e desvios-padrão da tensão (MPa) no momento da ruptura	46
Γabela 5: Médias e desvios-padrão da microdureza superficial (Knoop)	47
Tabela 6: Resultados do teste de liberação de monômero em 24 h (μm/cm²)	64
Γabela 7: Resultados da energia absorvida no momento de ruptura em Joules	65
Γabela 8: Resultados da tensão no momento de ruptura em MPa	66
Гаbela 9: Resultados da microdureza superficial em dureza Knoop	67
Гabela 10: Teste ANOVA para a liberação do monômero na água	68
Tabela 11: Teste de TUKEY para a liberação do monômero na água	68
Гаbela 12: Teste ANOVA para o ensaio de resistência ao impacto	69
Tabela 13: Teste de TUKEY para o ensaio de resistência ao impacto	69
Tabela 14: Teste ANOVA para o ensaio de resistência à flexão	70
Tabela 15: Teste de TUKEY para o ensaio de resistência à flexão	70
Tabela 16: Teste ANOVA para o ensaio de microdureza superficial	71
Tabela 17: Teste de TUKEY para o ensaio de microdureza superficial	71

### GRÁFICOS:

Gráfico 1: Media da liberação de monômero na água em 24 h (μg/cm²)	44
Gráfico 2: Média da resistência ao impacto (J)	45
Gráfico 3: Médias da resistência à flexão (MPa)	46
Gráfico 4: Microdureza superficial (Knoop)	47
FIGURAS:	
Figura 1: Resina acrílica utilizada no estudo	31
Figura 2: Amostra para a avaliação da liberação de monômero na água	33
Figura 3: Amostra para o ensaio de resistência ao impacto e à flexão	33
Figura 4: Amostra para o ensaio de microdureza superficial	34
Figura 5: Palajet, equipamento para injeção de resina na mufla.	36
Figura 6: Recipiente de fibra de vidro para a polimerização sob pressão no microondas	36
Figura 7: Curva de calibração do Metil metacrilato.	39
Figura 8: Máquina de ensaio de resistência ao impacto.	41
Figura 9: Ensaio de resistência à flexão.	41
Figura 10: Esquema de impressões da amostra do ensaio de microdureza	42

#### LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS E SIGNIFICADOS

°C - Graus Celsius

 $\pm$  - Mais ou menos

% - Por cento

α - Alfa (nível de significância)

μg - Micrograma(s)

μg/cm<sup>2</sup> - Micrograma(s) por centímetro quadrado

μm - Micrometro(s)

A.D.A. - American Dental Association (Associação Dentária Americana)

bar - Unidade de pressão equivalente a 0,1 MPa ou 14 lbp

cm - Centímetro(s)

et al. - e outros (abreviatura de "et alit")

g - Grama(s)

h - Hora(s)

J - Joule(s)

kpcm - Kilograma(s) por centímetro

lbp - Libras por polegada, unidade de pressão equivalente a 0,007 MPa ou 0,07 bar

MHz - Megahertz

min - Minuto(s)

mL - Mililitro(s)

mm - Milímetro(s)

MPa - Megapascal(s), unidade de pressão equivalente a 10 bar ou 140 lbp

nº - Número

nm - Nanômetro(s)

ppm - Partes por milhão

rpm - Rotação(ões) por minuto

seg - Segundo(s)

W - Watt(s)

#### **RESUMO**

A técnica de injeção de resina na mufla é um eficiente e preciso método de confeccionar próteses. Contudo, este processo pode alterar as propriedades químicas e mecânicas da resina. Este estudo avaliou o efeito De um sistema de injeção de resina na mufla, no ciclo de polimerização no microondas sob pressão (resina Onda-cryl). O grupo controle foi formado pela técnica da compressão (G1, 3 min a 360 W + 4 min a 0 W + 3 min a 810 W). Os outros foram pela técnica de injeção (G2, 3 min a 360 W + 4 min a 0 W + 3 min a 810 W), e técnica de injeção com polimerização sob pressão (G3, 6 min a 180 W + 4 min a 0 W + 3 min a 810 W / 0,1 MPa). Monômero residual (MR), resistência ao impacto (RS), resistência à flexão (RF) e microdureza superficial (MDS) foram avaliados. Os resultados foram:

	$MR (\mu g/cm^2)$ $n = 12$	RS (Joules) n = 10	RF (MPa) n = 10	MDS n = 10
G1	52,185 (17,18) a	0,25 (0,03) a	95,11 (5,38) a	20,01 (1,34) a
G2	27,775 (8,62) b	0,27 (0,04) a	86,98 (10,60) b	20,07 (1,17) a
G3	29,543 (10,54) b	0,28 (0,04) a	88,56 (6,64) b	19,74 (0,63) a

A análise de variância e a comparação utilizando o teste de Tukey, mostraram diferença entre os grupos, cujas médias estão seguidas por letras distintas na mesma coluna (α=5%). O sistema de injeção de resina na mufla diminuiu o nível de monômero residual e a resistência à flexão, e não teve efeito sobre a resistência ao impacto e microdureza superficial da resina.

Palavras-chave: Microondas, polimerização, resinas acrílicas dentárias e resistência dos materiais.

#### **ABSTRACT**

Injection molded technique is an efficient and accurate method for processing dentures. However, the process may cause adverse effects upon chemical and physical properties of the resin. This study evaluated the effects of injection-molded system, upon a microwave polymerization cycle under pressure (Onda-cryl resin). Control group was formed by compression molded (G1, 3 min 360 W + 4 min 0 W + 3 min 810 W). The others were by Injection molded (G2, 3 min 360 W + 4 min 0 W + 3 min 810 W), and injection molded and polymerization under pressure (G3, 6 min 180 W + 4 min 0 W + 3 min 810 W / 0.1 MPa). Residual monomer (RM), impact strength (IS), flexural strength (FS) and surface Knoop hardness (SKH) were evaluated. The results were:

	RM ( $\mu$ g/cm <sup>2</sup> ) n = 12	IS (Joules) n = 10	FS (MPa) n = 10	SKH n = 10
G1	52.185 (17.18) a	0.25 (0.03) a	95.11 (5.38) a	20.01 (1.34) a
G2	27.775 (8.62) b	0.27 (0.04) a	86.98 (10.60) b	20.07 (1.17) a
G3	29.543 (10.54) b	0.28 (0.04) a	88.56 (6.64) b	19.74 (0.63) a

The results of analysis of variance and the means comparison using Tukey test showed difference between the groups. The means followed by different letters showed significant difference ( $\alpha$ =5%). Injection molded system decreased RM and FS, and did not affect IS and KH of the resin.

Key words: Microwave, curing, acrylic resins and transverse strength.

INTRODUÇÃO

#### Introdução

#### 1 INTRODUÇÃO

A resina acrílica, desde sua introdução na odontologia em 1937, vem sendo empregada como base para próteses removíveis, e difundiu-se rapidamente, tornando-se o material de escolha na sua confecção até os dias atuais. Sua grande popularidade se deve à algumas de suas qualidades como: estética aceitável, fácil manipulação, custo baixo, suscetível de reparos e fácil limpeza. Estas são qualidades importantes para um material de base de prótese (van NOORT, 1994).

A confecção de uma prótese removível, envolve várias etapas. Dentre elas, a fase de inserção da resina na mufla, que atualmente a compressão é a forma mais popular, consiste em colocar a massa de resina dentro da mufla aberta e depois fechá-la e comprimi-la em uma prensa de bancada. Outra etapa na confecção é a fase de polimerização, onde a mufla é imersa em água por um período de 3 a 9 horas (CRAIG et al., 1996). Esses métodos, apesar de serem de fácil execução, apresentam o problema de serem demorados e provocar uma pequena alteração dimensional (GARFUNKEL, 1983). Muitos aperfeiçoamentos foram feitos tanto na resina, quanto na técnica de confecção de dentaduras para superar esses inconvenientes.

Com a finalidade de eliminar as rebarbas nas partes da mufla e compensar a contração da resina durante a polimerização, PRYOR, em 1942, introduziu o sistema de injeção contínua de resina. Nessa técnica, a resina é injetada na mufla fechada e a polimerização ocorreu sob contínua pressão compensando a contração com a deposição de mais resina dentro da mufla.

#### Introdução

GARFUNKEL, em 1983; STROHAVER, em 1989; SYKORA & SUTOW, em 1990; NELSON et al., em 1991 e NOGUEIRA et al., em 1999, continuaram os estudos com esse tipo de técnica e concluíram que a injeção de resina apresenta a melhor adaptação e a menor alteração dimensional vertical, comparada com a técnica convencional. Os citados autores não avaliaram os efeitos da injeção nas propriedades mecânicas das resinas.

Com relação à polimerização, baixo nível de monômero residual e um tempo reduzido têm sido alcançado com a utilização de energia de microondas. Esse tipo de energia atua nas moléculas livres de monômero, fazendo com que vibrem em alta frequência, de uma forma orientada e se choquem gerando o calor necessário para a polimerização da resina. Esse calor é intrínseco e dependente apenas dessa movimentação molecular, não sendo oriundo de uma fonte externa, como no caso do banho de água quente (NISHII, 1968; AL DOORI et al., 1988). Devido a essa movimentação do monômero de encontro às cadeias poliméricas, o método de polimerização, provê quantidade reduzida de monômero residual, como tem-se observado em alguns estudos (De CLERCK, 1987; KODA et al., 1989; ALKHATIB et al., 1990; DEL BEL CURY, 1992; SADAMORI et al., 1994; YUNUS et al., 1994; BRAUN et al., 1998). A utilização das microondas na polimerização de resinas também tem aplicação em reparos e reembasamentos, e não há contra-indicação para o uso de microondas em um segundo ciclo de polimerização (YUNUS et al., 1994; RODRIGUES GARCIA e DEL BEL CURY, 1996 e RIZZATI BARBOSA et al., 1998).

Como a técnica de injeção de resina na mufla obtinha melhor adaptação e a polimerização por microondas, reduzido nível de monômero residual, em 1997, PHOENIX, uniu

#### Introdução

no processo de confecção de próteses, o sistema de injeção de resina e a polimerização por microondas. Uma prensa pneumática foi usada para introduzir a resina na mufla para microondas, e após a injeção, a mufla era colocada dentro de um forno de microondas, onde ocorria a polimerização. O autor apenas injetou a resina na mufla, não havia nenhum sistema mantendo a pressão constante no momento da polimerização. Esse processo de injeção é mais rápido que o de compressão com a desvantagem do alto custo do equipamento.

Segundo as pesquisas realizadas em laboratório, são notórias as vantagens de adaptação e estabilidade dimensional das resinas injetadas na mufla, bem como o reduzido nível de monômero residual quando polimerizada por energia de microondas. Diante dessa realidade, especula-se a possibilidade da aplicação da energia de microondas para a polimerização das resinas injetadas na mufla e mantidas sob pressão no momento da polimerização. Contudo, os efeitos da união dessas técnicas nas propriedades mecânicas de resistência e dureza, e na dosagem de monômero residual são desconhecidos.

REVISÃO DA LITERATURA

#### 2 REVISÃO DA LITERATURA

#### 2.1 Monômero residual

SMITH e BAINS, em 1956, desenvolveram métodos qualitativo e quantitativo para a detecção e estimação de monômero residual. No método qualitativo, utilizaram o permanganato de potássio a 0,003 % (peso / volume). Reagindo a solução de permanganato de potássio com o metil metacrilato, ocorre alteração na cor variada do vermelho até o amarelo, de acordo com a concentração do monômero. A base da dentadura foi imersa em água destilada na temperatura ambiente por 1 h. Um mililitro da água era extraído e misturado com 1 mL do reagente e a cor alterava após 1 min. A observação era feita comparando com o controle de água destilada. Também foi observada semelhante alteração de cor, quando o polímero e o monômero foram polimerizados por um curto período de tempo. Quando utilizado ciclo longo, nenhuma alteração era verificada. Eles concluíram que este teste era específico para o metil metacrilato residual. Dentre os métodos quantitativos existentes, o mais adequado era o de brometo de potássio em ácido acético a 50%. A partir deste, os autores desenvolveram um método químico o qual permitiu calcular o conteúdo de monômero residual, remanescente de vários ciclos de polimerização. De acordo com os resultados, observou-se que mesmo após 6 horas com água em ebulição, uma base de prótese normal apresentava 0,2% de monômero residual. Similarmente, após 20 h a 72°C uma segunda amostra apresentava aproximadamente 1% de monômero residual. Corpos-de-prova processados sob essas condições apresentaram resultados negativos, quando

submetidos à reação com permanganato de potássio, apontando que o monômero residual não pode ser extraído ou não está acessível em cadeias bem polimerizados, enquanto em corpos de prova submetidos a ciclos de polimerização incompletos, o monômero foi rapidamente liberado na água.

Em 1976, McCABE e BASKER utilizaram a cromatografia gás-liquida para investigar o conteúdo de monômero residual de resinas acrílicas dentais. Foram preparados corpos-de-prova nas dimensões de 50 mm × 50 mm × 3 mm com as resinas: Sellon (termopolimerizável) e De Trey (autopolimerizável). A primeira foi submetida a 4 ciclos de cura: a) 7 h a 70°C seguidas por 3 h a 100°C em calor úmido; b) o mesmo período em calor seco; c) 20 min em água fervendo seguido de 20 min em água aquecida e mais 20 min em água em fervura; d) 20 min em água fervendo. Observou-se que o menor nível de monômero residual ocorreu no ciclo longo em calor úmido. Na resina autopolimerizável, foi encontrado o maior nível de monômero residual, apresentando-se 4 vezes maior que o primeiro ciclo citado para a resina termopolimerizável. O autor também utilizou a mesma técnica de dosagem para determinar a concentração de monômero residual da prótese total de uma paciente de 67 anos de idade que apresentava queixa de sensação de ardência na boca (palato, lábios, bochecha e margem da língua). Fragmentos foram retirados da prótese e analisados por meio da cromatografia gáslíquida revelando concentração de monômero de 0,233%, 6 vezes maior que o valor encontrado anteriormente nos corpos-de-prova. Para o tratamento dessa paciente, foram confeccionadas duas próteses totais com a mesma resina e processadas de acordo com o primeiro ciclo já mencionado. Uma prótese foi dada à paciente enquanto a outra foi analisada quanto à presença de monômero

residual, e o valor encontrado de 0,053% foi menor que o anterior. A paciente não apresentou mais nenhum sintoma.

AUSTIN e BASKER, em 1980, descreveram uma nova técnica para medir o conteúdo de monômero residual em dentaduras com 0,1 a 0,2 g de resina utilizando a cromatografia gás-líquida. Foram confeccionadas placas de 65 × 65 mm, com a espessura variando de 2 a 4 mm. Para a polimerização, foram utilizados ciclos curto e longo, e os meios de armazenamento a seco e úmido. As resinas utilizadas foram a Perspex e Trevalon. A extração do monômero foi feita após 1 h a 65°C da polimerização. Os autores observaram uma relação entre conteúdo de monômero residual, tempo e temperatura atingidas. Em ciclos longos, o nível de monômero detectado foi de 0,29% e em ciclos curtos, o nível aumentou mais de 700%. Em relação à espessura, as amostras mais finas apresentavam maior concentração que as amostras mais espessas, quando submetidas ao mesmo ciclo. A explicação é que o processo de polimerização provoca uma reação exotérmica e que atinge altas temperaturas nas regiões mais espessas convertendo uma quantidade maior de monômero em polímero. Não havia diferença significativa quanto ao conteúdo de monômero entre as amostras armazenadas em água e aquelas mantidas em lugar seco.

AUSTIN e BASKER, em 1982, realizaram uma pesquisa nos laboratórios de prótese da Inglaterra. Cento e cinquenta questionários foram distribuídos, havendo o retorno de 74 deles. Metade dos protéticos usavam um ciclo inferior a 2 h de polimerização e mais da metade não utilizavam instrumentos de controle do tempo e temperatura. Com esses resultados o autor concluiu que não havia controle na produção das próteses em relação à qualidade da prótese

total polimerizada. Assim, havia a necessidade de verificar o nível de monômero residual em próteses submetidas a ciclos curtos sem controle. Para a determinação do monômero residual nestas condições, foram utilizadas as resinas de polimerização rápida: Trevalon, QC-20 e Acron Rapid. Para a polimerização as recomendações do fabricante foram seguidas. Além deste ciclo, foram utilizados outros 2 ciclos com pequenas reduções do tempo e da temperatura. O nível de monômero encontrado no ciclo recomendado pelos fabricantes foi 3 a 7 vezes maior do que as resinas polimerizadas no ciclo longo. Quando as resinas de rápida polimerização foram polimerizadas em um tempo inferior ao recomendado pelo fabricante, o nível aumentou de 2 a 9 vezes em relação ao ciclo recomendado. Quando a temperatura foi reduzida simulando um erro no controle da temperatura no laboratório, o resultado foi ainda pior, encontrando o nível de monômero bastante aumentado.

Em 1982, LAMB *et al.* desenvolveram um estudo com a proposta de avaliar a quantidade de monômero residual de resinas autopolimerizáveis (Simplex Rapid), e observar se havia alguma quantidade de monômero não era liberado na água. Foram preparados corpos-deprova, com proporção pó/líquido indicada pelo fabricante e processados em polimerizadora com pressão. Os tempos de processamento variaram de 5 até 30 min e a temperatura de 22 a 55°C. Para a análise da quantidade de monômero dissolvido na água, foi utilizados um espectrômetro Perkin Elmer 330 e espectrômetro de ressonância eletrônica. Os corpos-de-prova confeccionados foram: a) discos com 50 mm de diâmetro e 1 mm de espessura; b) cilindros com 3 mm de diâmetro e 150 mm de comprimento; c) tiras muito finas com 24 µm de espessura e 1 mm de largura. Os discos eram imersos em 50 mL de água destilada e mantidos a temperatura de 37°C; após o tempo determinado, 5 mL da água eram retirados para análise do monômero dissolvido, e

a água de imersão era renovada. Uma tira de resina foi imersa em 4 mL de água destilada, dentro de uma cubeta fechada e inserida no espectrômetro a 22°C; registros do espectro de absorção foram feitos até que não fosse mais detectado aumento de monômero em frascos fechados e mantidos a 37°C por 7 dias; o monômero foi então avaliado, os cortes recuperados, secos em sílica gel e pesados diariamente, até que não fosse mais detectada perda de peso. Segundo os autores, o monômero se difundiu mais rapidamente, em amostras finas como as de 24 μm do que corpos-de-prova com espessura semelhante as das próteses. Para essas amostras finas, a completa difusão do monômero ocorreu em 14 dias a 22°C e em 7 dias a 37°C. A quantidade de monômero liberada dependeu da temperatura de polimerização atingida pela resina. Os resultados da análise de ressonância elétron spin indicaram um espectro característico para radicais ativos na polimerização. A concentração de monômero residual é reduzida por dois mecanismos, difusão do monômero e polimerização adicional.

Em 1983, LAMB *et al.* realizaram um estudo com o objetivo de determinar as concentrações de monômero residual em uma resina autopolimerizável, após 40 dias do início da polimerização. Relacionou esta liberação com as alterações produzidas pela: variação na proporção pó/líquido, mudanças na temperatura de polimerização, armazenagem e presença do oxigênio. Nesse trabalho, foi utilizada a resina autopolimerizável Simplex Rapid. O método da análise foi espectrofotometria com a absorção na faixa do infravermelho em 1620 nm. As amostras foram confeccionadas utilizando a resina na proporção de 5/3 ou 4/3 (peso/volume). A resina era colocada entre 2 lâminas para microscopia, separadas 1 mm uma da outra com o uso de espaçadores de silicone e polimerizadas sob pressão e temperatura de 22°C ou 55°C. Quando os corpos eram armazenados a 50°C, o nível de monômero não era detectável após 6 dias, e quando

armazenados a 37°C, o nível não era detectável no 25° dia. Os autores concluíram: quanto maior a relação pó/líquido, menor o nível de monômero residual em uma resina autopolimerizada; a concentração de monômero inicial é maior após uma polimerização inicial a 22°C, que após a polimerização a 55°C; um ciclo adicional em alta temperatura na água pode diminuir o nível de monômero residual; o oxigênio age inibindo a polimerização e consequentemente aumentando o nível de monômero residual.

No ano de 1985, STAFFORD e BROOKS, investigaram o nível de monômero residual em 6 diferentes marcas de resinas utilizadas para aparelhos ortodônticos em função do tempo. Foi utilizada a cromatografia gasosa, para analisar a presença de monômero na resina, e espectroscopia ultravioleta, para verificar a presença de monômero difundido na água. Os autores concluíram que: a) observa-se nível de monômero residual mais elevado em resinas para aparelhos ortodônticos do que em resinas termopolimerizadas; b) a quantidade de monômero residual diminui com o tempo, devido à polimerização continuada e difusão do monômero para a água; c) os aparelhos ortodônticos devem ser mantidos em água, antes de serem colocados na boca do paciente, pois uma grande parte do monômero da superficie é liberada e o remanescente influencia somente nas propriedades mecânicas das resinas.

Em 1988, BAKER et al., desenvolveram um método de cromatografia gás-líquida para detectar o monômero residual em saliva, sangue e na urina. Também foram analisados a duração e o valor total da liberação de monômero na saliva de voluntários saudáveis, portadores de aparelhos palatinos de resina acrílica autopolimerizável (Orthoresin) e termopolimerizável (Lucitone 199). O monômero liberado na saliva foi detectado uma semana após a inserção dos

aparelhos com resinas autopolimerizáveis, com concentração máxima de 45 μg/mL; não foi detectado monômero no sangue e urina. O monômero residual foi detectado na saliva de voluntários que usavam aparelhos polimerizados em banho de água a 70°C apenas por 1 h, não sendo detectada a presença de monômero, quando o ciclo era 70°C por 3 h. Os aparelhos de resina autopolimerizáveis liberaram a quantidade máxima de monômero 29 μg na primeira hora de uso. Os autores sugerem que, para minimizar a liberação de monômero dos aparelhos autopolimerizáveis, os mesmos deverão permanecer imersos em água por 24 h antes de colocar em uso.

SHERIDAN et al., em 1997, examinaram o efeito do contato de resinas para base de dentaduras ativadas quimicamente, termicamente e por microondas em culturas de células fibroblásticas da gengiva humana. A avaliação era feita 24, 48, 72 e 96 h após a imersão de um disco de 12 mm de diâmetro por 1 mm de espessura na cultura, por meio da função mitocondrial celular. Esta cultura era preparada na densidade de 3 × 10<sup>4</sup> células por placa. O efeito do contato da resina na cultura era comparado com culturas intactas sem a resina. Os resultados indicaram que em todos os períodos, as três resinas liberaram algum material que era citotóxico aos fibroblastos, podendo ser o Metil metacrilato, ácido benzóico e formaldeídos. O contato com a resina quimicamente ativada foi mais citotóxico que as resinas ativadas termicamente e por energia de microondas. A citotoxidade diminui com o tempo, portanto, o período de maior efeito citotóxico ocorreu nas primeiras 24 h.

CRAIG, em 1997, relata que após 1 h a 70°C, o nível de monômero residual diminui para 6,6% e a 100°C ele reduz para 0,31%. Levaria 168 horas para uma resina

processada a 70°C chegar ao nível de monômero equivalente a 1 h em 100°C. Isso indica que o acréscimo de 1 h a 100°C no ciclo de polimerização pode ser mais adequado. Contudo, a temperatura não pode chegar a fervura antes que a maior parte da polimerização tenha sido completada. O maior índice de monômero residual é observado na resina autopolimerizada. O armazenamento de próteses por vários dias em temperatura acima de 50°C e sem contato com o oxigênio reduz a quantidade de monômero. Se as resinas forem utilizadas em pacientes sensíveis ao monômero residual, a polimerização por tempos maiores em água fervendo reduzirá o monômero a níveis aceitáveis. Há evidências que o Metil metacrilato apresenta pobre biocompatibilidade, assim todo esforço para eliminar ou reduzir o monômero deve ser feito.

#### 2.2 Uso das microondas

A utilização da irradiação de microondas para a polimerização de resinas acrílicas foi relatada pela primeira vez por NISHII, em 1968. Esse método proporciona um aquecimento imediato tanto da superficie como do interior da resina, sendo um aquecimento rápido e uniforme. A energia de microondas é gerada por um oscilador magnético e, quando irradia um objeto, é absorvida e transformada imediatamente em calor. O autor avaliou a porosidade de amostras de 65 × 13 × 9 mm confeccionadas em resina acrílica termopolimerizável em muflas metálicas perfuradas irradiadas por 9 min com a presença de um recipiente com água dentro do forno para evitar um superaquecimento. Também verificou outras propriedades fisicas como: sorção de água, dureza, resistência à tração, resistência transversa, deflexão transversa, resistência à retenção dos dentes artificiais e adaptação das bases de prótese. Para esta finalidade novas amostras foram confeccionadas e irradiadas por 9, 10, 11 e 12 min. Os resultados obtidos

foram: a) resina livre de poros foi obtida com a redução da potência; b) as propriedades físicas das resinas irradiadas por 11 min foram tão satisfatórias quanto à das resinas polimerizadas em banho de água.

De CLERK, em 1987, desenvolveu um estudo onde avaliou alguns aspectos na utilização das microondas para a polimerização da resina. Informou que as microondas geram calor diretamente na resina economizando o tempo que levaria para o calor se dissipar da água para o gesso e depois para a resina no centro da mufla. Eram realizados alguns testes para avaliar propriedades da resina polimerizada no microondas. O autor concluiu que esse processo economiza tempo de produção das próteses e que a resina polimerizada no microondas tem os menores níveis de monômero residual e propriedades físicas semelhantes ao método convencional em banho de água aquecida.

AL DOORI et al., em 1988, verificaram o sistema de polimerização de 4 resinas termicamente ativadas por energia de microondas e pelo método convencional em banho de água aquecida. Foram avaliados o peso molecular, a conversão do monômero em polímero e a porosidade. As amostras eram polimerizadas em forno de microondas a 70 W por 24 min e em água quente a 70°C por 7 h + 3 h a 100°C. Para a resina de rápida polimerização foi usado 20 min em água fervendo. O monômero residual foi determinado por meio da cromatografia gasosa e o peso molecular por meio da cromatografia de difusão de gel. Os autores concluíram que o peso molecular é igual para todos os métodos de polimerização. A conversão de monômero em polímero é satisfatória com o microondas, mas a quantidade mínima encontrada no método de banho de água não foi alcançado. Não houve porosidade nas amostras até a espessura de 3 mm.

Em 1989, KODA et al., estudaram a liberação de monômero de resinas acrílicas dentais por meio da cromatografia líquida de alta resolução. Eles compararam a liberação de monômero em água destilada de três resinas representativas de diferentes métodos de polimerização: resina polimerizada em banho de água (Acron), resina polimerizável por da energia de microondas (Acron MC), resina autopolimerizável (Rebaron). A proporção polímero / monômero e as técnicas de processamento utilizadas na confecção dos corpos-de-prova foram realizadas de acordo com as instruções do fabricante. As resinas eram imersas em saliva artificial com pH variando de 4,0 a 6,8 à 37°C. Os autores concluíram, que o método analítico de cromatografia líquida de alta resolução é viável para a quantificação do monômero liberado das resinas acrílicas; que a liberação de monômero depende das condições de polimerização, sendo mais rápida nos primeiros dias, declinando progressivamente com o tempo; que as resinas polimerizadas em microondas e em banho de água apresentaram concentrações muito baixas e a autopolimerizável apresentou concentração alta. A resina em meio ácido apresentou maior concentração de monômero do que em pH elevado, sugerindo uma potenciação da liberação do monômero em meio ácido.

ALKHATIB et al., 1990, desenvolveram um estudo onde verificaram resistência transversa, dureza e porosidade de duas resinas acrílicas, uma para polimerização por energia de microondas (ACRON MC), e a outra convencional polimerizada em banho de água quente (JUSTI). Foram utilizados dois diferentes ciclos de microondas: 1) ciclo curto (513 W por 4 min e 52 seg.); 2) ciclo longo (75,9 W por 15 min e 26 seg.) e 4 espessuras (3; 6; 11,6; 17,7 mm) das amostras. Os resultados sugerem que todas as 4 espessuras testadas em polimerização por banho de água e a resina Acron MC, polimerizada por microondas, apresentaram-se livres de

poros. Quando a resina convencional foi processada em microonda, houve porosidade nas amostras que excederam 3 mm de espessura. Quanto à resina Justi, no ciclo curto de polimerização, também ocorreu porosidade nas amostras que excederam 3mm de espessura; já quando o ciclo longo foi utilizado não ocorreu porosidade até a espessura de 9 mm. Os resultados do ensaio de dureza indicaram que a resina Acron MC diferiu, significantemente, dos demais grupos quando a espessura excedeu 3 mm de espessura. Nenhuma diferença significativa na resistência transversal foi notada entre os materiais.

NELSON et al, em 1991, desenvolveram um estudo onde avaliaram o aumento da dimensão vertical de oclusão em dentaduras totais após a polimerização por banho de água quente (Lucitone) e por microondas (Justi). Foram confeccionadas 15 próteses totais superiores e 15 inferiores para cada grupo. O aumento foi aferido por um aparelho de medição de 0,01 mm de precisão, instalado próximo ao pino incisal de um articulador arcon, onde as prótese eram remontadas após a polimerização. O resultado mostrou que as próteses polimerizadas por microondas apresentam um aumento significativo de dimensão (0,628 ± 0,128), quando comparado ao método convencional em banho de água quente (0,146 mm ± 0,068).

DEL BEL CURY (1992) estudou as propriedades físico-químicas de quatro resinas polimerizadas por processos diferentes: duas resinas pelo banho de água quente, outra pela energia de microondas e a última foi quimicamente ativada. Foi constatado que a resina autopolimerizável liberou maior quantidade de monômero residual que as resinas polimerizadas pelos outros processos, e que esta liberação de monômero diminuiu gradativamente de acordo com o tempo de imersão do corpo-de-prova na água.

SADAMORI et al., em 1994, utilizaram o método de cromatografia gás-líquida para avaliar o nível de monômero residual em 27 corpos-de-prova com 3 espessuras (0,5; 1,5 e 4,5 mm) e processados com 3 tipos de resinas: termopolimerizáveis, resina fluída e resinas para microondas. Constataram que a espessura e o método de polimerização influenciam no nível de monômero residual mas não houve alteração significativa em relação ao local do corpo de prova examinado. O método de polimerização de resina fluida apresentou o maior nível de monômero residual, e o método de polimerização em microondas teve o nível de monômero residual semelhante à resina polimerizada em banho de água quente. A polimerização em microondas apresentou menor influência em relação a espessura dos corpos.

YUNUS et al., em 1994, investigaram o efeito do aquecimento do microondas no nível de monômero residual em uma resina acrílica autopolimerizada e seu efeito na resistência transversa em comparação com o método convencional de polimerização. A resina utilizada foi a Meliodent. Os espécimes para o teste de monômero residual tinham 20 × 10 × 3 mm. Foram confeccionados 5 corpos-de-prova para cada método de polimerização: em temperatura ambiente (20°C) sobre a bancada; 35°C em 2,2 Bar, por 20 min e irradiação de microondas (50 W / 5 min). Para a determinação do monômero residual, foi usada a cromatografia gasosa nos períodos de 20 min, 1 h, 1 semana e 1 mês. Para o ensaio de resistência transversa e deflexão foram confeccionadas 10 amostras para cada grupo com 65 × 10 × 2,5 mm. com resina Trevalon termopolimerizável no ciclo de 7 h em 70°C + 1 h à 100°C. Estas amostras foram fraturados ao meio e um espaço de 3 mm foi reparado com a resina Meliodent seguindo os grupos citados acima. Os resultados mostraram que o maior valor para monômero residual foi obtido com a polimerização sobre a bancada e o valor mais baixo com a polimerização no microondas. Os

resultados sugerem que o monômero residual tem um efeito sobre a força no reparo das amostras, pois os grupos com menor nível de monômero residual, apresentaram a maior resistência transversa. Não houve diferença significativa nos 3 grupos em relação ao modulo de elasticidade.

RODRIGUES GARCIA e DEL BEL CURY, em 1996, verificaram a adaptação e porosidade de bases de prótese em um segundo ciclo de polimerização. Foram organizados 3 grupos de amostras: o primeiro foi polimerizado com resina termopolimerizável em banho de água quente e depois reembasado pelo método de adição e polimerizado em banho de água quente novamente, o segundo foi polimerizado da mesma forma que no grupo 1 e depois foi reembasado com resina termopolimerizável polimerizada em microondas e o terceiro grupo foi polimerizado em microondas e após o reembasamento, foi polimerizado em microondas novamente. Quanto à porosidade, a resina polimerizada pelo microondas nos dois processos apresentou menor quantidade em relação á resina tradicional. A adaptação teve diferença significativa somente no grupo 3, resina polimerizada pelo microondas nos dois processos, apresentando maior alteração de adaptação. A adaptação da base da prótese polimerizada pelo método tradicional e depois reembasado pelo método de adição e polimerizado em microondas, foi semelhante ao método tradicional. Assim, não há contra-indicação para o uso de microondas no processo de reembasamento.

RIZZATTI BARBOSA et al., em 1998, realizaram uma revisão crítica da técnica de polimerização utilizando microondas avaliando os prós e contras dessa nova técnica. Os autores concluíram que se trata de uma técnica fácil, limpa e muito rápida, sendo um recurso

altamente vantajoso, não só para confecção de novas próteses como também para um segundo ciclo nos casos de reparação e reembasamentos. Como desvantagem, foram consideradas o preço alto das resinas para microondas e a baixa resistência das muflas de plástico.

BRAUN et al., em 1998, confeccionaram 36 corpos-de-prova com resinas, contendo uma estrutura metálica em seu interior, divididos em três grupos: o primeiro com resinas termopolimerizáveis polimerizadas em banho de água quente, o segundo com resina própria para polimerização em microondas e o terceiro grupo com resina termopolimerizável tradicional curada no microondas. Este estudo objetivou avaliar a efetividade da polimerização em microondas de um corpo contendo estrutura metálica em seu interior. Foram analisadas a dureza, porosidade e nível de monômero residual. Foi concluído que a energia de microondas pode polimerizar resinas de próteses com estrutura metálica e que os corpos polimerizados por este método, apresentaram menores níveis de monômero residual e maior dureza superficial.

BRAUN, em 1999, avaliaram o efeito do polimento químico sobre algumas propriedades de uma resina termopolimerizável e outra autopolimerizável, comparando-as com o polimento mecânico. Foram avaliados a liberação de monômero residual na água, dureza superficial, resistência à flexão nos períodos de 1, 2, 8 e 32 dias. O polimento químico aumentou a liberação de monômero na água e diminuiu os valores de dureza superficial Knoop nos dois tipos de resina. O polimento químico não alterou a resistência à flexão da resina autopolimerizável nos 8 primeiros dias, mas aumentou no período de 32 dias. A resina termopolimerizável sofreu redução da resistência somente nos 2 primeiros dias. Por meio da

microscopia eletrônica de varredura, observou-se uma dissolução da camada superficial das duas resinas promovendo um aspecto ondulado.

### 2.3 Sistema de injeção e polimerização sob pressão

PRYOR, em 1942, introduziu o sistema de injeção de resinas. Durante a polimerização, a resina ficava sob constante pressão de um êmbolo metálico impulsionado por uma mola. Desta forma a contração da resina era compensada com a inserção de nova quantidade da mesma. Como não há a abertura da mufla antes de colocar a resina, não havia a rebarba tão comum na técnica convencional de compressão. Portanto, o autor relatava que este método tinha menor alteração dimensional e maior adaptação.

GARFUNKEL, em 1983, comparou a alteração dimensional de dentaduras superiores e inferiores processadas pelo método de compressão da resina e injeção da mesma. Ele aferiu a abertura do pino incisal quando remontada no articulador após a polimerização. Também mediu a distância entre dentes selecionados nos seguintes períodos: após a polimerização, após a demuflagem, após o polimento e após uma semana imersa na água em temperatura ambiente. Os resultados foram comparados com o grupo controle que era a prótese montada em cera antes da inclusão. O resultado mostrou que as próteses polimerizadas pela técnica convencional e de injeção não apresentam alteração significativa de dimensão.

STROHAVER, em 1989, estudou 30 jogos de próteses totais, observando o aumento da dimensão vertical de oclusão, após a polimerização pela técnica convencional de compressão (Microlon-LW) e por injeção da resina (SR-Ivocap). Foram confeccionadas 15

próteses totais superiores e 15 inferiores para cada grupo. O aumento foi aferido por um aparelho de medição analógico, instalado próximo ao pino incisal de um articulador, onde as próteses eram remontadas após a polimerização. O resultado mostrou que as próteses polimerizadas pela técnica convencional de compressão apresentam um aumento significativo de dimensão (0,66 mm ± 0,254) quando comparado ao método de injeção da resina (0,02 ± 0,076).

SYKORA e SUTOW, em 1990, compararam a estabilidade dimensional de duas ceras (extra dura e macia) e duas técnicas de inclusão de resinas (compressão e injeção). Foram avaliados os movimentos dentários nos planos horizontal e vertical, em dentes selecionados, antes e depois da polimerização, e após 1, 3 e 8 semanas com a prótese imersa em água na temperatura ambiente. A adaptação da borda posterior, abertura do pino incisal e perda de contato centrico também foram observados. Os resultados mostraram que não há diferença significante entre as ceras utilizadas que determine a alteração na posição dentária. Na comparação das resinas, a técnica de injeção apresentou menos alteração na abertura do pino incisal e perda de contatos em centrica, e melhor adaptação na região posterior do palato. Em relação ao movimento dentário, não houve diferença significante em nenhuma etapa com exceção do período de oito semanas imerso em água, no qual a técnica de injeção levou vantagem.

ANUSAVICE, em 1996, descreveu a técnica de injeção de resina dentro de uma mufla especial. É necessário colocar alimentadores em cera no momento da inclusão, para permitir a passagem da resina até o molde da prótese. Após a mistura da resina de forma convencional, a mesma é colocada em um recipiente preso na mufla, onde um embolo, com acionamento pneumático, empurra-a para dentro do molde. O conjunto todo é colocado dentro

da polimerizadora com água, para polimerização na forma tradicional. Este processo apresenta menor contração de polimerização e melhor adaptação da resina no modelo.

PHOENIX, em 1997, descreveu o processo de polimerização de próteses, utilizando o sistema de injeção de resina em muflas para microondas. Ele usou o GC injection System (GC Lab Tchnologies). A mufla da resina Acron MC foi modificada, tendo um buraco na tampa que permite a passagem do canal de alimentação para dentro do gesso. Uma prensa pneumática foi usada para introduzir a resina dentro da mufla, após a injeção da resina, o embolo responsável pela injeção era travado com um parafuso, com a finalidade de evitar o recuo e manter a pressão na massa de resina. A polimerização ocorreu dentro do forno de microondas seguindo as orientações do fabricante (3 min / 500 W). Esse processo de injeção é mais rápido que o de compressão com a desvantagem do alto custo do equipamento.

NOGUEIRA et al., em 1999, comparou a abertura do pino incisal, e a alteração dimensional das técnicas de injeção e compressão. Eles estudaram 12 jogos de próteses totais, após a polimerização, divididas pela técnica convencional de compressão e por injeção da resina (Lucitone 199). O aumento foi aferido por um aparelho de medição, instalado próximo ao pino incisal, onde as próteses eram remontadas após a polimerização. Uma máquina de medição computadorizada por coordenadas foi usada para aferir a alteração nas posições de 4 dentes selecionados. O resultado mostrou que as próteses polimerizadas pela técnica convencional de compressão apresentam um aumento significativo na abertura do pino incisal e um aumento na altura da prótese quando comparada com a técnica de injeção de resina. Não foi observada alteração horizontal na posição dos dentes entre os grupos.

**PROPOSIÇÃO** 

## Proposição

# 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste trabalho, foi avaliar *in vitro*, propriedades mecânicas e química de uma resina polimerizável por energia de microondas, utilizando o sistema de injeção de resina e a polimerização sob pressão dentro do forno de microondas, comparando-as com o método proposto pelo fabricante.

### Foram analisadas:

- 1. Liberação de monômero em água (μg/cm²);
- 2. Resistência à flexão (MPa);
- 3. Resistência ao impacto (J);
- 4. Microdureza superficial (Knoop).

**METODOLOGIA** 

### 4 METODOLOGIA

A resina acrílica ativada por energia de microondas utilizada neste trabalho foi a ONDA CRYL rosa médio com veias, fabricada pela Clássico Artigos Odontológicos (Figura 1).



Figura 1: Resina acrílica utilizada no estudo

### 4.1 Preparo das amostras

### 4.1.1 Divisão dos grupos

No grupo 1, a resina foi incluída e polimerizada seguindo as recomendações do fabricante para o forno de 900 W, o ciclo de polimerização foi de 3 min a 360 W + 4 min a 0 W + 3 min a 810 W. No grupo 2, a resina foi injetada na mufla e polimerizada no microondas, o ciclo de polimerização foi o mesmo do grupo 1. No grupo 3, a resina foi injetada na mufla e a polimerização ocorreu em um recipiente de fibra de vidro sob pressão de 0,1 MPa, dentro do

microondas (Tabela 1), o ciclo de polimerização foi de 6 min a 180 W + 4 min a 0 W + 3 min a 810 W. Neste grupo o tempo de polimerização não foi o recomendado pelo fabricante, pois após o teste piloto, as amostras tiveram grande quantidade de poros e um excesso de monômero liberado no primeiro dia. Provavelmente houve um aumento rápido da temperatura da resina, provocando a ebulição do monômero. Optou-se então por uma polimerização mais lenta.

Tabela 1: Grupos de trabalho: inclusão e polimerização

Grupo	Método de inclusão	Tempo de polimerização	Pressão durante a polimerização
1	Prensagem	3 min a 360 W + 4 min a 0 W + 3 min a 810 W	Nenhuma
2	Injeção	3 min a 360 W + 4 min a 0 W + 3 min a 810 W	Nenhuma
3	Injeção	6 min a 180 W + 4 min a 0 W + 3 min a 810 W	0,1 MPa

### 4.1.2 Matrizes utilizadas

Para a confecção dos corpos-de-prova necessários às realizações dos ensaios propostos, foram utilizadas matrizes com as seguintes formas e dimensões:

### 4.1.2.1 Liberação de monômero na água

Foram confeccionadas em metal, no formato retangular nas seguintes medidas:  $20 \times 10 \times 3$  mm (Figura 2). Destas matrizes, foram confeccionados 36 corpos-de-prova, sendo 12 para cada grupo.

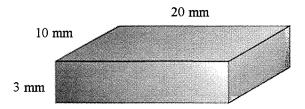


Figura 2: Amostra para a avaliação da liberação de monômero na água

### 4.1.2.2 Resistência ao impacto e à flexão

Foram confeccionadas em metal, no formato retangular nas medidas de 65 × 55 × 2,5 mm seguindo a especificação nº 12 da A.D.A.. Destas matrizes foram confeccionados modelos idênticos em resina para cada grupo, e estes foram cortados em 5 pedaços (65 × 10 × 2,5 mm), utilizando uma cortadeira de precisão Imptech PC-10, com disco diamantado na velocidade de 200 rpm sob refrigeração de água. Portanto, de cada chapa medindo 55 mm de largura, originaram 5 amostras com 10 mm de largura (Figura 3). Foram confeccionadas 30 amostras.

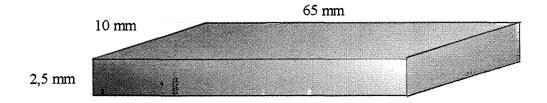


Figura 3: Amostra para o ensaio de resistência ao impacto e à flexão

### 4.1.2.3 Microdureza superficial

Foram confeccionadas matrizes em metal, no formato de disco com 30 mm de diâmetro e 4 mm de espessura (Figura 4). Destas, foram confeccionadas 30 amostras.

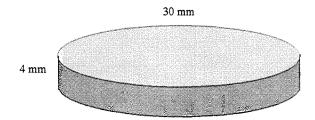


Figura 4: Amostra para o ensaio de microdureza superficial

### 4.1.3 Inclusão das matrizes

Para a inclusão das matrizes metálicas, primeiro foi preenchido a base da mufla de plástico para microondas (Clássico Artigos Odontológicos) na sua totalidade, utilizando gesso tipo III, na proporção de 100 g / 30 mL de água. A mistura foi espatulada em um aparelho a vácuo (Polidental, Ind. e Com. Ltda.) por 40 seg. Depois da presa do gesso, sua superfície foi planificada com lixa de óxido de alumínio de granulação 320. Em seguida, as amostras metálicas foram colocadas sobre a superfície do gesso na base da mufla devidamente isolado com vaselina sólida. Depois foi colocada uma porção de silicone laboratorial (Zeta Labor Titanium, Zermac), usando o medidor do fabricante para proporcionar a mistura. O silicone foi distribuído pela contra-mufla, cobrindo as matrizes metálicas e os canais de alimentação dos grupos 2 e 3, em seguida, foi vazado gesso até o preenchimento total da contra-mufla. As muflas então foram mantidas sob pressão em uma prensa de bancada durante 1 h. Depois da presa do gesso, as muflas foram separadas e as matrizes removidas, obtendo-se os moldes para a confecção dos corpos-de-prova em resina.

### 4.1.4 Preenchimento dos moldes

As duas partes da mufla foram lavadas com água e detergente e a superficie do gesso foi revestida com uma fina camada de isolante para resina (Al-Cote, Dentsply LTDA). A resina, foi preparada conforme as instruções do fabricante na proporção de 14 g de pó por 7 mL de líquido.

No grupo 1, após a resina ter atingido a fase plástica, a mesma foi colocada nos moldes dentro da mufla. As partes da mufla foram fechadas, com um pedaço de papel celofane interposto entre elas, e comprimidas lentamente, em prensa hidráulica de bancada (Delta Máquinas Especiais) a uma pressão de 1 tonelada, durante 1 min. Em seguida, a mufla foi aberta para retirada do celofane e recorte dos excessos. Novamente fechada, foi levada de volta à prensa e submetida a uma pressão de 1,25 toneladas por meia hora, neste período, a mufla foi parafusada. Em seguida, a mufla foi colocada no microondas Continental 2001, 900 W, para a polimerização seguindo as instruções do fabricante (Tabela 1, pág. 32).

No grupo 2, após a resina ter atingido a fase plástica, foi colocada em um êmbolo de plástico e encaixada na máquina de injeção de resina Palajet (Kulzer), onde foi injetada no interior da mufla de microondas (Clássico Artigos Odontológicos) sob pressão de 0,4 MPa (4 Bar), através de um orifício previamente feito na parede da mufla. Aguardou-se um tempo de 5 minutos para a estabilização da pressão e preenchimento total do molde. Em seguida, a mufla foi colocada no microondas para a polimerização seguindo o fabricante (Tabela 1, pág. 32).

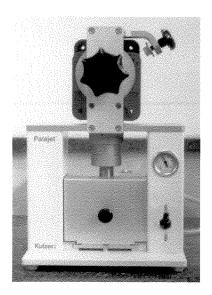


Figura 5: Palajet, equipamento para injeção de resina na mufla.

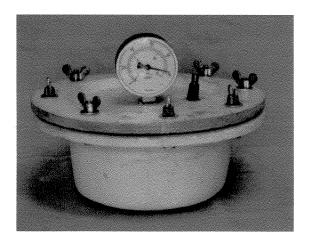


Figura 6: Recipiente de fibra de vidro para a polimerização sob pressão no microondas.

No grupo 3, as amostras foram confeccionadas da mesma forma que no grupo 2. Somente antes de se colocar a mufla dentro do microondas, a mesma foi acondicionada dentro de um recipiente de fibra de vidro, hermeticamente fechado, e em seguida foi injetado ar até atingir

a pressão de 0,1 MPa (1 bar). Este recipiente possuia vedação de borracha para impedir a fuga do ar e tinha um manômetro externo para a monitoração da pressão durante toda a polimerização. Em seguida, o recipiente de fibra contendo a mufla foi colocado no microondas para a polimerização seguindo a Tabela 1, pág. 32. Neste grupo optou-se por uma polimerização mais lenta para não aumentar rapidamente a temperatura da resina, provocando a ebulição do monômero.

Decorrido o período de polimerização e resfriamento sobre a bancada por 2 horas, as muflas foram abertas e as amostras retiradas para a realização do acabamento. Foram confeccionadas 36 amostras para a avaliação da liberação de monômero na água, 30 para o ensaio de resistência ao impacto, 30 para o ensaio de resistência à flexão e 30 para o ensaio de microdureza superficial.

### 4.1.5 Procedimento de acabamento e polimento

### 4.1.5.1 Acabamento

Os corpos-de-prova dos ensaios de monômero, resistência ao impacto e resistência à flexão recebiam acabamento com lixa de óxido de alumínio com granulação 320 sob refrigeração de água corrente em politriz Arotec APL-4, até alcançarem as medidas estabelecidas, aferidas por um paquímetro digital.

Como o ensaio de microdureza exige lisura e brilho maior, o polimento era realizado em politriz com dispositivo para polimentos múltiplos marca Arotec, modelo APL-4,

utilizando lixa de óxido de alumínio com granulação decrescente 320, 400, 600 e 1200 aplicados por 4 minutos cada uma sob refrigeração de água corrente.

Todas as amostras foram limpas em ultra-som (THORNTON modelo T7) por 2 minutos após o acabamento e entre as trocas das lixas.

### 4.2 Avaliação da liberação de monômero em água

As amostras deste teste eram colocadas individualmente em tubos de ensaio contendo 7 mL de água deionisada e mantidos em estufa a 37±2°C por 24 h. Depois desse período, as soluções aquosas eram retiradas para verificação da presença de monômero por meio da espectrofotometria, utilizando o espectrofotômetro BECKMAN DU-70, no comprimento de onda de 206 μm.

### 4.2.1 Curva de calibração

Para verificar a exatidão da determinação eram preparadas soluções de 1% v/v em água deionisada a partir do monômero puro (Metil metacrilato, SIGMA, lote: 56H3407). Desta solução eram feitas diluições obtendo-se padrões de concentração de 2,357 μg/mL; 4,715 μg/mL; 9,430 μg/mL; 14,145 μg/mL e 18,18 μg/mL. (Figura 7).

### 4.2.2 Determinação do monômero

A quantidade de monômero liberado na água pelos corpos-de-prova foi determinada após 24 h, utilizando-se curvas de calibração que também eram preparadas 24 h antes a partir da solução 1% v/v, para que tivessem o mesmo tempo e condição de armazenamento das amostras (estufa a 37°C). As leituras foram realizadas a 206 nm, em espectrofotômetro da marca BECKMAN modelo DU-70. O cálculo para se determinar a quantidade de monômero na água foi baseado nas curvas diárias de calibração semelhantes ao da Figura 7. A fórmula utilizada segue abaixo:

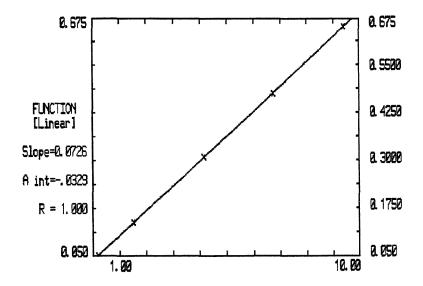


Figura 7: Curva de calibração do Metil metacrilato.

Concentração de monômero  $= a + b \times absorbância$ 

a =Coeficiente linear , igual ao A int da Figura 7.

b =Coeficiente angular, igual ao **Slope** da Figura 7.

### 4.3 Avaliação da resistência ao impacto

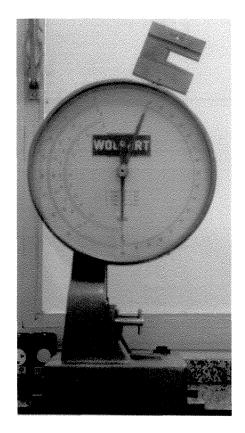
A avaliação da resistência ao impacto foi realizada em uma máquina de ensaio de impacto Wotto Wolpert Wenke, teste Charpy, com carga de 40 kpcm. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio logo após a polimerização e acabamento das amostras (Figura 8).

A resistência ao impacto foi determinada medindo a energia absorvida de uma carga em um pêndulo, quando este foi deixado cair sobre o corpo-de-prova para fraturá-lo. Depois da fratura, foi verificada a energia absorvida (CRAIG, 1997).

### 4.4 Avaliação da resistência à flexão

A avaliação da resistência à flexão foi realizada em uma máquina de ensaio EMIC DL 500 MF, com o ensaio de flexão em três pontos (Figura 9). Os corpos eram armazenados em água destilada dentro de uma estufa a 37°C e submetidos ao ensaio após o período de 50±2 h (A.D.A).

A resistência à flexão era determinada com a aplicação de carga a uma velocidade constante de 5 mm / min sobre o meio do corpo até ocorrer a ruptura. Nesse momento, era verificada a força empregada e aplicada na fórmula a seguir (CRAIG, 1997):



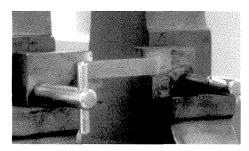


Figura 8: Máquina de ensaio de resistência ao impacto.

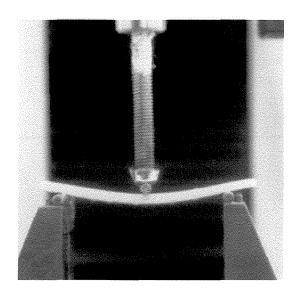


Figura 9: Ensaio de resistência à flexão.

### 4.5 Avaliação da microdureza superficial

Foi utilizado um microdurômetro Shimadzu, modelo 2000, com carga de 25 g aplicada durante 5 seg.

Foram realizadas no centro do disco, 5 medições em linha para cada amostra com a distância de 500 µm entre elas. Após as marcações, foi tirada uma média em dureza Knoop.

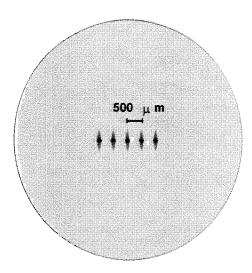


Figura 10: Esquema de impressões da amostra do ensaio de microdureza.

### 4.6 Análise estatística

O teste de Shapiro-Wilk indicou que, em nível de significância de 1% foi possível admitir normalidade de todos os dados. Em seguida, foi realizada a análise de variância utilizando o delineamento fatorial. O Teste t (Student) para as comparações de médias foi utilizado para contrastes ( $\alpha$ = 0,05).

# **RESULTADOS**

### 5 RESULTADOS

Os resultados obtidos para as variáveis estudadas após a realização dos testes propostos estão dispostos da Tabela 2 até a Tabela 5.

### 5.1 Monômero residual

As médias e desvios-padrão (μg/cm²) para a liberação de monômero na água nas primeiras 24 h estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Médias e desvios-padrão da liberação de monômero na água em 24 h (μg/cm²)

Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3
$52,185 \pm 17,18$ a	$27,775 \pm 8,62$ b	$29,543 \pm 10,54$ b

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si em nível de 5% de significância.

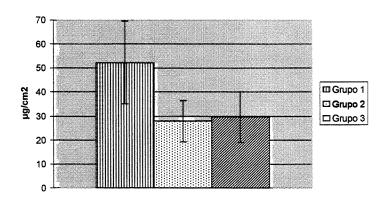


Gráfico 1: Media da liberação de monômero na água em 24 h (μg/cm²)

Pode ser observado na Tabela 2 que houve diferença significativa (p<0,05) entre o grupo 1 e os demais. Os grupos 2 e 3 obtiveram os melhores resultados.

# 5.2 Resistência ao impacto

As médias e desvios padrões para a resistência ao impacto estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 3: Médias e desvios-padrão da energia absorvida (J) no momento da ruptura

Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3
$0,25 \pm 0,03$ a	$0,27 \pm 0,04$ a	$0,28 \pm 0,04$ a

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si em nível de 5% de significância.

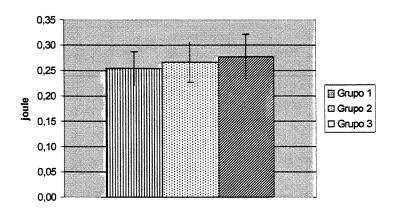


Gráfico 2: Média da resistência ao impacto (J)

Para a resistência ao impacto, não houve diferença significativa entre os grupos.

### 5.3 Resistência à flexão

As médias e desvios padrões para a resistência a flexão estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 4: Médias e desvios-padrão da tensão (MPa) no momento da ruptura

Grupo 1	Grupo 2		Grupo 3
95,11 ± 5,38 a	$86,98 \pm 10,60$	b	$88,56 \pm 6,64$ b

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si em nível de 5% de significância.

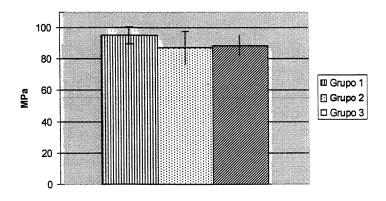


Gráfico 3: Médias da resistência à flexão (MPa)

Para a resistência à flexão, o grupo 1 apresentou melhor resultado em relação aos grupos 2 e 3, que estatisticamente não apresentaram diferença significativa entre si.

# 5.4 Microdureza superficial

As médias e desvios padrão para a microdureza superficial estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5: Médias e desvios-padrão da microdureza superficial (Knoop)

Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3
$20,01 \pm 1,34$ a	$20,07 \pm 1,17$ a	$19,74 \pm 0,63$ a

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si em nível de 5% de significância.

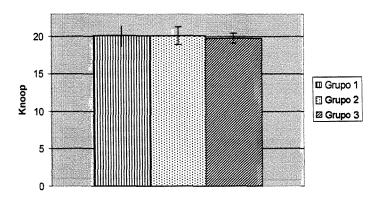


Gráfico 4: Microdureza superficial (Knoop)

Para o ensaio de microdureza superficial, não houve diferença significativa entre os grupos.

# **DISCUSSÃO**

## 6 DISCUSSÃO

Para facilitar o processo de polimerização das próteses em resina acrílica, foi introduzida a técnica de injeção da resina. Esta técnica consiste em injetar a resina sob pressão dentro de uma mufla especial (ANUSAVICE, 1996). PHOENIX, em 1997, descreveu uma técnica de polimerização de próteses, utilizando o sistema de injeção de resina em muflas para microondas, contudo, os efeitos desta técnica nas propriedades físicas da resina precisam ser avaliadas.

Inicialmente, os tempos de polimerização de todos os grupos seguiram a recomendação do fabricante. Como as amostras do grupo 3, apresentaram porosidade em toda a extensão do espécime, foi necessário um ajuste do tempo de polimerização. Possivelmente a temperatura tenha excedido o ponto de ebulição do monômero. Uma explicação provável para esse fenômeno seja a de que a pressão deixa as moléculas mais próximas uma das outras, gerando um calor maior com o atrito das mesmas. AL DOORI, 1987, descreveu a ação das microondas sob as moléculas polarizadas do metil metacrilato, mostrando que a efetividade da polimerização no forno de microondas se deve a esse atrito entre as moléculas gerando um calor diretamente na massa de resina. Sendo assim, foi necessário diminuir a potência do forno de microondas e aumentar o tempo de polimerização para confeccionar amostras clinicamente aceitáveis.

Pode ser observado na Tabela 2 que houve liberação de monômero na água. Esta liberação de monômero corresponde ao monômero residual que ficou entre as cadeias

poliméricas sem contudo, estar unido a elas, assim passível de ser difundido para fora do material polimerizado (LAMB et al., 1982 e 1983).

Os resultados dos trabalhos sobre monômero residual mostram um comportamento comum. No primeiro dia há uma maior liberação de monômero comparando com dias subsequentes, mostrando que as primeiras 24 h merecem atenção maior (SMITH, 1956, LAMB et al., 1982, STAFFORD E BROOKS, 1985, BAKER et al., 1988, DEL BEL CURY, 1992 e BRAUN et al., 1998). Desta forma foi avaliada apenas a liberação de monômero no primeiro dia após a polimerização.

A literatura não relata trabalhos sobre o nível de monômero residual em resinas polimerizadas com a técnica de injeção da resina. Em relação aos grupos polimerizados nesta técnica (grupo 2 e 3), o nível de monômero residual liberado no primeiro dia foi menor que o grupo polimerizado na técnica de compressão da resina (grupo 1).

A quantidade de monômero liberada é uma avaliação importante, pois ele pode ser lesivo à mucosa. Trabalhos de McCABE e BASKER, em 1976 e AUSTIN e BASKER, em 1980 e 1982, relatam casos de pacientes com sensação de queimadura e inflamação na mucosa. As análises da quantidade de monômero residual das próteses dos pacientes mostraram quantidade alta de monômero, cerca de 0,23 a 3,2% (peso/peso) na massa da resina. Como a quantidade de monômero liberada na água no primeiro dia do grupo 1 foi de 0,3 mg (Tabela 2, pág. 44) em um corpo de prova de aproximadamente 0,3 g, pode-se observar a porcentagem de monômero liberado em torno de 0,1 %, estando abaixo das médias obtidas pelos autores citados. DEL BEL CURY, em 1992; SADAMORI *et al.*, em 1994; YUNUS, em 1994 e BRAUN *et al.*, em 1998, já

comprovaram a maior efetividade da polimerização com energia de microondas, revelando níveis mais baixos de monômero residual nessas resinas em comparação com as resinas polimerizadas pelo método convencional em água aquecida. Apesar do nível do grupo 1 não ser uma quantidade elevada, os trabalhos de SHERIDAN, 1997, mostraram a citotoxidade do metil metacrilato, sugerindo sempre que possível diminuir ao máximo o nível de monômero residual.

A diminuição do nível de monômero liberado no primeiro dia dos grupos 2 e 3 com injeção de resina na mufla pode ser explicado pelo trabalho de NISHII, em 1968, e por AL DOORI, em 1988. Segundo eles, as microondas aquecem toda a massa da resina tanto na superficie quanto no interior em um tempo reduzido. Esse aquecimento provem do atrito das moléculas polarizadas de Metil metacrilato que oscilam em alta freqüência devido ao campo magnético causado pelas microondas. Esse calor gerado na própria resina promoveria uma melhor polimerização aumentando o número de ligações nas cadeias e uma maior difusão do monômero para a superficie do corpo com conseqüente volatilização do mesmo. LAMB et al., em 1982, relataram em seu trabalho que a liberação monômero residual diminuiu devido à difusão e contínua polimerização dos radicais ativos na resina. Talvez o monômero residual possa ter se difundido mais rapidamente até os radicais ativos devido a compactação da resina nesses grupos, promovendo uma maior polimerização em menor tempo, além de promover maior volatilização do monômero restante.

Para o ensaio de resistência ao impacto, não houve diferença dos resultados entre os grupos, mostrando que a injeção não alterou o comportamento do material. Este teste dinâmico avalia a resistência do corpo-de-prova quando recebe um impacto de carga controlada.

A repercussão clínica desse teste é de verificar a capacidade de uma resina ser mais fácil de fraturar em uma queda, por exemplo, do que outra.

Apesar da diminuição da liberação de monômero residual, os grupos 2 e 3 não obtiveram valores superiores em resistência. Estudos como o de YUNUS *et al.*, em 1984, e BRAUN *et al.*, em 1998, correlacionaram os valores de liberação de monômero residual com propriedades mecânicas de resistência à flexão e dureza superficial, concluindo que o nível de monômero residual interfere nas propriedades mecânicas da resina, sendo que quanto maior o nível de monômero residual, menores serão os valores de dureza e resistência. Podia se esperar que a liberação de monômero também alterasse a resistência ao impacto. Possivelmente a diminuição do nível de liberação de monômero, apesar de significativa, não foi suficiente para modificar a resistência ao impacto da resina.

Não foram encontrados na literatura trabalhos que avaliassem a resistência ao impacto (Charpy) de resinas injetadas. Contudo os resultados estão de acordo com CRAIG, 1997. Segundo o autor, o valor médio para a resina convencional é de 0,26 J.

Além da diminuição da liberação de monômero em água, a injeção da resina também reduziu a resistência à flexão das resinas conforme pode ser visto na Tabela 4 (pág. 46). Na avaliação de resistência à flexão um corpo recebe uma carga transversal no longo eixo do mesmo. Isso ocasiona força de compressão na superfície superior do corpo de prova e força de tração na superfície inferior da amostra. Quando há a diminuição da resistência do material, o corpo de prova fraturará com carga menor do que o normal, iniciando essa fratura nas camadas mais inferiores onde se concentram as forças de tensão (SOUZA, 1982, CRAIG, 1997).

Essa diminuição na resistência à flexão pode ser explicada pela própria diminuição do monômero na resina. BRAUN e DEL BEL CURY, em 1999, observaram a resistência à flexão e o nível de liberação do monômero na água por um período de 30 dias. A medida que o nível de monômero reduzia, a resistência à flexão também diminuía. Talvez a ausência da ação plastificante do monômero residual tenha deixado a resina mais friável. Neste trabalho, os autores mostraram que o excesso de monômero também é um fator prejudicial para a resistência do acrílico, devido às moléculas de monômero não polimerizado quebrarem as ligações secundárias entre as cadeias poliméricas, e conseqüentemente diminui a resistência à flexão. Possivelmente exista uma relação ideal entre o nível de monômero e resistência da resina, afim de não deixá-la nem tão plástica e nem tão friável.

O resultado está coerente com a literatura, que mostra a média de resistência das resinas termopolimerizadas, processadas pelo método convencional em 78 a 86 MPa (O'BRIEN, 1997), 89 MPa (BRAUN e DEL BEL CURY, 1999), e em 92 MPa para a resina polimerizada por microondas (CRAIG, 1997). O grupo 1, teve o valor médio próximo ao trabalho de CRAIG, indicando que as microondas promovem uma melhor resistência à flexão nas resinas. Apesar da diminuição da resistência à flexão nos grupos 2 e 3, o resultado continua sendo aceitável, pois ainda é superior aos resultados obtidos pela resina de polimerização convencional.

O sistema de injeção não altera a dureza superficial das resinas. O ensaio de dureza Knoop avalia a capacidade do corpo resistir a penetração de uma ponta de diamante. A repercussão clínica deste teste mostra a possibilidade da resina sofrer arranhões, marcas e

pequenas fraturas. Quanto maior o valor de dureza, menor é a plasticidade do material (van NOORT, 1994 e CRAIG, 1997).

Todos os grupos tiveram os valores médios superior ao da literatura, que mostra a média de dureza das resinas termopolimerizadas, processadas pelo método convencional em 14 a 16 Knoop (O'BRIEN, 1997), 17 Knoop (BRAUN e DEL BEL CURY), e em 17 Knoop para a resina polimerizada por microondas (CRAIG, 1997).

A técnica de injeção de resina tem o objetivo de diminuir as alterações dimensionais da prótese dentária. Aliado à polimerização por microondas, visa diminuir o tempo de polimerização. Além disso, a manutenção da pressão durante a polimerização, tem a finalidade de compensar a contração da resina. A injeção de resina aliada á polimerização por microondas mostrou ser viável e eficaz, com uma polimerização mais efetiva. Novos trabalhos deverão ser feitos para confirmar o nível de adaptação e a estabilidade dimensional desse processo, além disso, equipamentos mais simples e baratos poderiam ser desenvolvidos para popularizar a técnica.

# CONCLUSÃO

### Conclusão

# 7 CONCLUSÃO

Diante das condições experimentais utilizadas e resultados obtidos neste estudo, podemos concluir:

- O sistema de injeção de resina diminuiu a quantidade de monômero residual e a resistência à flexão da resina acrílica;
- 2. O sistema de injeção de resina não alterou a resistência ao impacto e nem a microdureza superficial da resina;
- A pressão atmosférica dentro do recipiente no momento da polimerização não influenciou nas propriedades mecânicas avaliadas;
- 4. É possível a utilização da técnica de injeção de resina com a polimerização com microondas.

# REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

# 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS<sup>\*</sup>

- 1 AL DOORI, D. et al. A comparison of denture base acrylic resin polymerized by microwave irradiation and by conventional bath curing systems. **Dent. Mater.**, Washington, v. 4, n. 1, p. 25-32, Feb. 1988.
- 2 ALKAHTIB, M. et al. Comparison of microwave polymerized denture base resins.

  Int. J. Prosth., St. Louis, v. 3, n. 3, p. 249-55, May/June 1990.
- 3 ANUSAVICE, Kenneth. J. Denture base resins: technical considerations and processing techniques. In: PHILLIPS' Science of dental materials; 10 ed. Philadelphia: WB Saunders Company, 1996. Cap. 11, p. 237-71.
- 4 AUSTIN, A.T. e BASKER, R.R. Residual monomer levels in denture bases. The effects of varying short curing cycles. **Br. dent. J.**, London, v. 153, n. 2, p. 425-426, Dec. 1982.
- 5. AUSTIN, A.T. e BASKER, R.R. The level of residual monomer in acrylic denture base materials with particular reference to a modified method of analysis. **Br. dent. J.**, London, v. 149, n. 18, p. 281-286, Nov. 1980.
- 6 BAKER, S., BROOKS, S. e WALKER, D. The release of residual monomeric methyl metacrilato from acrylic appliances in the human mouth: an assay for monomer in saliva. J. dent. Res., Washington, v. 67, n. 10, p. 1295-99, Oct. 1988.

De acordo com a NBR-6023, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), de 1989.

Abreviatura dos periódicos conforme o "World List of Scientific Periodicals".

### Referencias bibliográficas

- 7. BRAUN, K.O. Avaliação do efeito do polimento químico sobre algumas propriedades físico químicas das resinas acrílicas ativadas química e termicamente. Piracicaba, 1999. Tese (Doutorado em Clínica Odontológica, área de Prótese) Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.
- 8 BRAUN, K.O., DEL-BEL CURY, A.A. e CURY, J.A. Avaliação in vitro da efetividade de polimerização da resina acrílica dental polimerizada através de energia de microondas, quando em contato com metal. Revta Odont. Univ. S Paulo, São Paulo, v. 12, n. 2, p. 173-180, abr./jun. 1998.
- 9. CONCIL ON DENTAL MATERIALS AND DEVICES. Specification N° 12 for denture base polymers. J. Am. dent. Ass., Chicago, v.90, n.2, p.451-458, Feb. 1975.
- 10. CRAIG, R.G.; O'BRIEN, W.J. & POWERS, J.M. Finishing, polishing, and cleansing materials. In: Dental materials. Properties and manipulation. 6. ed. St.Louis: Mosby Year Book, 1996. Cap. 6, p. 96-113.
- 11. CRAIG, Robert G. Prosthetic applications of polymers. In: Restorative dental materials. 10. Ed. St. Louis: Mosby Year Book, 1997. cap. 19, p. 500-551.
- 12. DE CLERCK, J.P. Microwave polymerization of acrylic resins used in dental prostheses. J. prosth.Dent., St. Louis, v. 57, n.5, p. 650-8, May 1987.
- 13. DEL BEL CURY, A.A. Estudo in vitro das propriedades físico-químicas de resinas acrílicas dentais termopolimerizáveis, quimicamente ativada e curada por microondas. Ribeirão Preto, 1992. Tese (Doutorado em Odontologia, área de Reabilitação Oral) Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo.
- 14. GARFUNKEL, E. Evaluation of dimensional changes in complete dentures processed by injection-processing and pack-and-press technique. J. prosth.Dent., St. Louis, v. 50, n.6, p. 757-9, dec 1983.

#### Referencias bibliográficas

- 15. KODA, T et al. Leach ability of denture-base acrylic resins in artificial saliva. **Dent.**Mater., Washington, v. 6, n.1, p.13-16, Jan., 1990.
- 16. LAMB, D.J., ELLIS, B. e PRIESTLEY, D. Loss into water of residual monomer from autopolimerizing dental acrylic resin. Biomaterials, Stoneham, v.3, n.3, p.155-159, July, 1982.
- 17. LAMB, D.J., ELLIS, B. e PRIESTLEY, D. The effects of process variables on levels of residual monomer in autopolymerizing dental acrylic resin. **J. Dent.,** Oxford, v. 11, n. 1, p 80-88, Mar, 1983.
- 18. McCABE, J.F., BASKER, R.M. Tissue sensitivity to acrylic resin. A method of measuring the residual monomer content and its clinical application. Br. dent. J., London, v. 140, n. 10, p. 347-50, May 1976.
- 19. NELSON, M.W., KOTWAL, K.R., SEVEDGE, S.R. Changes in vertical dimension of occlusion in conventional and microwave processing of complete dentures. J. prosth.Dent., St. Louis, v. 65, n.2, p. 306-8, Feb. 1991.
- 20. NISHII, M. Studies on the curing of denture base resins with microwave irradiation: with particular reference to heat-curing resins. J. Osaka dent. Univ., Osaka, v.2, p.23-40, 1968.
- 21. NOGUEIRA, S.N., OGLE, R.E., DAVIS, E.L. Comparison of accuracy between compression and infection-molded complete dentures. **J. prosth.Dent.**, St. Louis, v. 82, n.3, p. 291-300, sep 1999.
- 22. O'BRIEN, W.J. Dental materials: properties and selection. 2 ed. Chicago: Quintessence Publishing Co. Inc., 1997.
- 23. PHOENIX, R.D. Introduction of a denture injection system for use with microwave able acrylic resins. J. Prosthod., , v. 6, n. 4, p. 286-291, Dec. 1997.
- 24. PRYOR, W.J. Injection molding of plastics for dentures. J. Am. Dent. Assoc., St. Louis, v. 29, n.6, p. 1400-8, dec 1942.

#### Referencias bibliográficas

- 25. RIZZATI BARBOSA, C. M. et al. Uso de la energía de microondas en el procesamiento de prótesis odontológicas. Revta Asoc. Odontol. Argent. Buenos Aires, v. 86, n. 2, p.105-108, mar./abr. 1998.
- 26. RODRIGUES GARCIA, R. C. M. e DEL BEL CURY, A. A. Reembasamento de bases de prótese: métodos convencional e por microondas. Revta Odont. Univ. S Paulo. São Paulo, v. 10, n. 4, p. 295-302, out./dez. 1996.
- 27. SADAMORI, S. et al. Influence of thickness and location on residual monomer content of denture base cured by three processing methods. J. prosth. Dent., St. Louis, v. 72, n. 1, p. 19-22, July, 1994.
- 28. SHERIDAN, Paul J. et al. Cytotoxicity of denture base resins. Int. J. Prosth., St. Louis, v.10, n. 1, p. 73-77, Jan/Feb, 1997.
- 29. SMITH, D.C. e BAINS M.D. The detection and estimation of residual monomer in polymethyl metacrilato. J. dent. Res. Washington, v. 35, n. 1, p. 16-24. Feb. 1956.
- 30. SOUZA, S.A. Ensaio de torção. In: Ensaios mecânicos de materiais metálicos. Fundamentos teóricos e práticos. 5 ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1982. Cap. 6, p. 150-162.
- 31. STAFFORD, G.D. e BROOKS, S.C. The loss of residual monomer from acrylic orthodontic resins. **Dent. Mater.**, Washington, v.1, n. 2, p. 135-138, 1985.
- 32 STROHAVER, R.A. Comparison of changes in vertical dimension between compression and infection molded complete dentures. **J. prosth.Dent.**, St. Louis, v. 62, n.6, p. 716-8, dec 1989.
- SYKORA, O., SUTOW, E. J. Comparison of the dimensional stability of two waxes and two acrylic resin processing techniques in the production of complete dentures.
   J. oral. Rehabil., , v. 17, n.4, p. 219-27, apr 1990.
- 34. van NOORT, Richard. Denture-base resins. In: Introduction to dental material.

  London: Mosby Year Book, 1994. cap. III-II, p. 183-191.

### Referencias bibliográficas

- 35. WOELFEL, J.B., PAFFENBARGER, G.C., SWEENEY, W.T. Dimensional changes occurring in dentures during processing. **J.Am. dent. Ass.**, Chicago, v. 61, p. 413-430, 1960.
- 36. YUNUS, N.; A. HARRISON, A. e HUGGETT, R. Effect of microwave on the flexural strength and residual monomer levels of an acrylic resin repair material. **J. oral**Rehabil., v. 21, p. 641-648, 1994.

# **ANEXOS**

### 9 ANEXOS

### 9.1 Resultados

### 9.1.1 Valores do teste de liberação do monômero na água

Tabela 6: Resultados do teste de liberação de monômero em 24 h (µm/cm²)

	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3
Corpo 1	76,160	36,491	21,148
Corpo 2	67,116	39,064	21,465
Corpo 3	71,219	35,668	24,067
Corpo 4	78,019	39,846	22,692
Corpo 5	61,653	31,260	23,635
Corpo 6	40,917	25,620	23,893
Corpo 7	34,487	25,312	22,780
Corpo 8	45,201	17,453	28,852
Corpo 9	37,875	19,917	53,928
Corpo 10	39,144	27,841	35,952
Corpo 11	34,347	16,987	30,464
Corpo 12	40,087	17,836	45,640
MÉDIA	52,185	27,775	29,543
D. PAD.	17,18	8,62	10,54
C. VAR.	32,91	31,04	35,67

### 9.1.2 Valores do ensaio de resistência ao impacto

Tabela 7: Resultados da energia absorvida no momento de ruptura em Joules

	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3
Corpo 1	0,30	0,28	0,31
Corpo 2	0,26	0,29	0,29
Corpo 3	0,24	0,23	0,22
Corpo 4	0,19	0,26	0,26
Corpo 5	0,23	0,32	0,25
Corpo 6	0,29	0,25	0,27
Corpo 7	0,25	0,28	0,37
Corpo 8	0,24	0,21	0,25
Corpo 9	0,28	0,22	0,24
Corpo 10	0,27	0,21	0,31
MÉDIA	0,25	0,27	0,28
D. PAD.	0,03	0,04	0,04
C. VAR.	13,15	14,79	15,96

## 9.1.3 Valores do ensaio de resistência à flexão

Tabela 8: Resultados da tensão no momento de ruptura em MPa

	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3
Corpo 1	100,04	96,07	87,08
Corpo 2	88,30	64,06	82,91
Corpo 3	96,28	74,95	76,50
Corpo 4	93,89	87,75	95,96
Corpo 5	99,16	88,94	92,01
Corpo 6	98,65	86,99	85,68
Corpo 7	90,29	86,73	85,10
Corpo 8	103,03	100,81	87,22
Corpo 9	86,64	88,73	97,02
Corpo 10	94,86	94,75	96,11
MÉDIA	95,11	86,98	88,56
D. PAD.	5,38	10,60	6,64
C. VAR.	5,65	12,19	7,50

### 9.1.4 Valores do ensaio de microdureza superficial

Tabela 9: Resultados da microdureza superficial em dureza Knoop

	Grupo 1	Grupe 2	Grupo 3
Corpo 1	17,8	19,7	19,3
Corpo 2	20,3	19,3	19,7
Corpo 3	21,0	19,9	19,3
Corpo 4	20,9	21,5	19,7
Corpo 5	21,7	20,0	20,3
Corpo 6	19,0	20,3	21,1
Corpo 7	20,3	21,4	19,5
Corpo 8	18,1	20,6	19,7
Corpo 9	21,3	20,6	20,0
Corpo 10	19,7	17,4	18,8
MÉDIA	20,01	20,07	19,74
D. PAD.	1,34	1,17	0,63
C. VAR.	6,69	5,83	3,19

#### 9.2 Análise estatística

### 9.2.1 Valores do teste de liberação do monômero na água

Tabela 10: Teste ANOVA para a liberação do monômero na água

	G.L.	S.Q.	F Crítico	Pr>F
Tratamento	2	4446,78045617	13,88	0,0001
Resíduo	33	5284,52584183		
Total	35	9731,30629800		

Tabela 11: Teste de TUKEY para a liberação do monômero na água

Trat.	Média	Trat. 1	Trat. 2	Trat. 3
1	52,1854167	•	4,725113	4,382807
1	32,103 (10)	·	0,0001	0,0001
2	27,7745833	-4,72511	•	-0,34231
2	21,17 (3033	0,0001		0,7343
3	29,5430000	-4,38281	0,342306	•
	27,5430000	0,0001	0,7343	

### 9.2.2 Valores do ensaio de resistência ao impacto

Tabela 12: Teste ANOVA para o ensaio de resistência ao impacto

	G.L.	S.Q.	F Critico	Pr>F
Tratamento	2	0,00276047	0,90	0,4191
Resíduo	27	0,04149247		
Total	29	0,04425293		

Tabela 13: Teste de TUKEY para o ensaio de resistência ao impacto

Trat.	Média	Trat. 1	Trat. 2	Trat. 3
1	0,25348000	•	-0,6976	-1,33988
1	0,233 10000	•	0,4914	0,1915
2	0,26571000	0,6976	•	-0,64227
2	0,20371000	0,4914		0,5261
3	0,27697000	1,33988	0,64227	•
3	0,21071000	0,1915	0,5261	•

### 9.2.3 Valores do ensaio de resistência à flexão

Tabela 14: Teste ANOVA para o ensaio de resistência à flexão

	G.L.	S.Q.	F Crítico	Pr>F
Tratamento	2	372,20694000	3,01	0,0660
Resíduo	27	1668,96589000		
Total	29	2041,17283000		

Tabela 15: Teste de TUKEY para o ensaio de resistência à flexão

Trat.	Média	Trat. 1	Trat. 2	Trat. 3
1	95,1140000	_	2,313951	1,8643
1	<i>33</i> ,1110000	·	0,0285	0,0732
2	86,9780000	-2,313951	•	-0,44965
2	80,7780000	0,0285	•	0,6566
3 88,	88,5590000	-1,8643	0,44965	•
	33,55,0000	0,0732	0,6566	

### 9.2.4 Valores do ensaio de microdureza superficial

Tabela 16: Teste ANOVA para o ensaio de microdureza superficial

	G.L.	S.Q.	F Critico	Pr>F
Tratamento	2	0,61800000	0,26	0,7724
Resíduo	27	31,99400000		
Total	29	32,61200000		

Tabela 17: Teste de TUKEY para o ensaio de microdureza superficial

Trat.	Média	Trat. 1	Trat. 2	Trat. 3
1	20,0100000	•	-0,12325	0,554621
	20,010000	·	0,9028	0,5837
2	20,0700000	0,12325	•	0,67787
2	20,070000	0,9028	•	0,5036
3	19,7400000	-0,554621	-0,67787	•
	15,740000	0,5837	0,5036	