

KATIA OLMEDO BRAUN

Cirurgiã-Dentista

AVALIAÇÃO *in vitro* DA EFETIVIDADE DE POLIMERIZAÇÃO DA RESINA
ACRÍLICA DENTAL POLIMERIZADA ATRAVÉS DE ENERGIA DE MICROONDAS,
QUANDO EM CONTATO COM METAL

TESE APRESENTADA À FACULDADE DE
ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE
EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA - ÁREA DE
PRÓTESE

-Piracicaba- S.P.

1996

B738a
30186/BC

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

KATIA OLMEDO BRAUN

Cirurgiã-Dentista

Este exemplar foi
abridamente corrigido,
conforme resoluções
CCPO/036/83
Piracicaba, 6/02/1997
Dr. Del Bel Cury

**AValiação *in vitro* DA EFETIVIDADE DE POLIMERIZAÇÃO DA RESINA
ACRÍLICA DENTAL POLIMERIZADA ATRAVÉS DE ENERGIA DE MICROONDAS,
QUANDO EM CONTATO COM METAL**

TESE APRESENTADA À FACULDADE DE
ODONTOLOGIA DE PIRACICABA, DA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE
EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA - ÁREA DE
PRÓTESE

Orientadora: Prof^a. Dr^a. ALTAIR ANTONINHA DEL BEL CURY

FOP-UNICAMP

-Piracicaba-S.P.

1996

UNIDADE	BC
N.º CHAMADA	F/UNICAMP
	B738a
V.	Es.
TOMBO BC	30186
PROC.	28/1/97
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO R\$	11,100
DATA	25/05/97
N.º CPD	

CM-00098714-8

Ficha Catalográfica Elaborada pela Biblioteca da FOP/UNICAMP

B738a	<p>Braun, Katia Olmedo.</p> <p>Avaliação in vitro da efetividade de polimerização da resina acrílica dental ativada através de energia de microondas, quando em contato com metal / Katia Olmedo Braun - Piracicaba : [s.n.], 1996.</p> <p>84f. : il.</p> <p>Orientador : Altair Antoninha Del Bel Cury.</p> <p>Tese (Mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p>1. Resina dental. 2. Microondas (culinária). 3. Monômero (produto químico) 4. Porosidade. I. Del Bel Cury, Altair Antoninha. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.</p>
	19.CDD - 617.695

Índices para o Catálogo Sistemático

1. Materiais dentários	617.695
2. Prótese Dental	617.69
3. Próteses Totais, Coroas e Pontes	617.692



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de **Mestrado**, em sessão pública realizada em 05/02/97, considerou o candidato aprovado.

1. Altair A. Del Bel Cury *Altair Del Bel Cury*

2. Célia M. Rizatti Barbosa *Célia M. Rizatti Barbosa*

3. Maria da Glória Chiarello Mattos *Maria da Glória Chiarello Mattos*

Sumário

1. Lista de Ilustrações.....	01
2. Resumo.....	03
3. Introdução.....	04
4. Revisão Bibliográfica.....	06
5. Proposição.....	28
6. Materiais e Método.....	29
7. Resultados.....	40
8. Discussão dos Resultados.....	49
9. Conclusão.....	54
10. Apêndice.....	55
11. Summary.....	61
12. Referências Bibliográficas.....	62

Ao Carlos , cujo amor, confiança, incentivo e solidariedade permitiram o desenvolvimento de mais esta etapa em minha vida.

Aos meus pais Antonio e Marisa pelo incentivo, compreensão e exemplo sempre presentes durante a minha vida

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À Prof^ª. Dr^ª. ALTAIR A. DEL BEL CURY,
pela dedicação e orientação firme e criteriosa.

Ao Prof. DR. JAIME A. CURY,
pela atenção, auxílio e disponibilidade
de todo o laboratório de Bioquímica.

AGRADECIMENTOS

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo pelo auxílio financeiro.

Aos Técnicos Marisa de Jesus Carlos, Waldomiro Vieira Filho e José Alfredo da Silva, pelo auxílio na utilização dos aparelhos existentes no laboratório de bioquímica da FOP - UNICAMP.

Aos técnicos do C.P.D, Marco Antonio Romano e Emilio Carlos Salles, da FOP-UNICAMP, pela colaboração durante a execução da parte escrita do trabalho.

Ao Sr. Pedro Sérgio Justino, técnico da Faculdade de Odontologia de Piracicaba Universidade Estadual de Campinas, pelo auxílio na documentação fotográfica.

Às bibliotecárias Sueli Duarte de Oliveira Soliani e Luzia de Fátima da Silva, da FOP-UNICAMP, no auxílio na montagem da tese.

À Prof^a. Maria de Lourdes Lang Medeiros de Farias, da Universidade Federal de Santa Maria, pelo auxílio na análise estatística.

À Prof^a. Lair Lang, da Universidade Federal de Santa Maria, pela correção da redação do trabalho.

Ao Colega Cláudio Figueiró, pelo auxílio na elaboração dos "Slides".

À Prof^a. Dr^a. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia pelo apoio, incentivo e amizade.

Aos colegas de trabalho do laboratório de Bioquímica, pelo apoio e amizade.

Aos colegas do Curso de Pós-Graduação, pela amizade e alegre convívio durante o curso.

**Lista de
Ilustrações**

1. Lista de Ilustrações

1.1. Figuras:

Figura 1: Resinas acrílicas e mufas utilizadas no estudo.....	29
Figura 2: Matrizes de cera e grades metálicas utilizadas no estudo.....	30
Figura 3: Molde em gesso pedra mostrando as diferentes etapas do preparo das amostras.....	32
Figura 4: Politriz APL 4 com dispositivo para polimentos múltiplos.....	33
Figura 5: Corpo de prova cortado em partes aproximadamente iguais.....	34
Figura 6: Fotografia das impressões feitas no corpo de prova.....	35
Figura 7: Áreas das superfícies externa e interna onde a porosidade foi avaliada.....	36
Figura 8: Comprimento de onda (nm), Espectro de absorção do monômero.....	37
Figura 9: Concentração do monômero (%) x 10 ⁻⁴ , Curva de calibração do monômero.....	38
Figura 10: Médias das medidas de dureza Knoop obtidas a diferentes distâncias da grade metálica.....	41
Figura 11: Freqüência do número de poros pequenos por amostra contados através do microscópio (100 x).....	43
Figura 12: Fotografia de uma amostra com escore leve (100 x).....	44
Figura 13: Fotografia de uma amostra com escore moderado (100 x).....	44

Figura 14: Fotografia de uma amostra com escore pesado (100 x).....	45
Figura 15: Fotografia de uma amostra com poros grandes (100 x).....	46
Figura 16: Médias das dosagens de monômero residual em função do tempo de armazenagem em água.....	48

1.2. Tabelas

Tabela I: Resinas acrílicas utilizadas no estudo.....	29
Tabela II: Médias e desvios padrões das medidas de dureza Knoop obtidas a diferentes distâncias da grade metálica.....	40
Tabela III: Frequência, por amostra, do número de poros pequenos contados através do microscópio com aumento de 100 x.....	42
Tabela IV: Médias do número de poros visíveis a olho nu na superfície do corte da amostra por tratamento	45
Tabela V: Médias e desvios padrões das medidas de conteúdo de monômero residual em função do tempo de armazenagem em água.....	47

Listas de Abreviaturas

Apud = em

et al. = e outros (abreviatura de “et alii ”)

etc. = e as demais coisas (abreviatura de “et cetera”)

μm = micrômetro

μ = microm

$^{\circ}\text{C}$ = graus centígrados

cc = centímetros cúbicos

v/v = volume/volume

nm = nanômetro

Resumo

2. Resumo

Com o objetivo de tornar mais rápida a técnica de processamento da resina acrílica, foi introduzida a irradiação por microondas como forma de ativação física da reação de polimerização. Sabendo que, na presença de metal as microondas são refletidas e que, em uma prótese parcial removível a base de resina acrílica envolve uma grade metálica, pode-se questionar a efetividade da polimerização da resina que estiver em contato com o metal. Foram confeccionados 36 corpos de prova cilíndricos com 30,0 mm de diâmetro x 4,0 mm de espessura, contendo no seu interior uma grade metálica com 28,0 mm x 8,0 mm x 0,5 mm. Por essa razão foram divididos aleatoriamente em 3 grupos submetidos aos seguintes processamentos: G₁) resina Clássico polimerizada em Ciclo curto; G₂) resina Acron-MC polimerizada em forno de microondas 3 min a 500W; G₃) resina Clássico polimerizada em forno de microondas 3 min. a 500W. Após a polimerização, cada amostra foi dividida em duas partes aproximadamente iguais, sendo que uma das partes foi utilizada para a avaliação de monômero residual, enquanto a outra foi submetida aos testes de dureza e porosidade. A dosagem de monômero liberada na água durante doze dias consecutivos foi avaliada através da espectrofotometria (LAMB et al²², 1982). A dureza Knoop foi verificada a distâncias de 50, 100, 200, 400 e 800µm da grade metálica, e a porosidade interna e externa foi avaliada a olho nu e com auxílio de microscópio com aumento de 100 x. As médias e desvios padrões obtidos para as dosagens de monômero residual liberado foram: 1º dia) G₁) 178,8 ± 17,9 A, G₂) 59,5 ± 11,1 B, G₃) 116,5 ± 12,0 C; 12 dia- G₁) 44,3 ± 2,2 A, G₂) 6,8 ± 1,3 B, G₃) 40,1 ± 2,7 A. Os valores da dureza Knoop: A 50 µm G₁) 16, 45 ± 0,22 B, G₂) 17,46 ± 0,20 A, G₃) 17,14 ± 0,26 AB; A 800 µm: G₁) 16,75 ± 0,14 B G₂) 18,14 ± 0,32 A, G₃) 17,55 ± 0,22 A. A análise de variância mostrou diferença entre os grupos, e médias seguidas de mesma letra não mostraram diferença significativa para o teste de Tukey ao nível de 5%. Na porosidade avaliada a olho nu foram observados poros na totalidade das amostras do grupo 3 e em 50% das amostras dos grupos 1 e 2. Na avaliação com o auxílio do microscópio, foi observada porosidade em todas as amostras, sendo que o grupo 3 apresentou porosidade mais acentuada quando comparada aos demais grupos.

Concluiu-se que a energia de microondas pode ser utilizada para a polimerização efetiva da resina acrílica contendo metal no seu interior e que as resinas convencionais, quando polimerizadas através da energia de microondas, apresentaram maior quantidade de poros.

PALAVRAS-CHAVE: Resina acrílica, Microondas, monômero residual, Porosidade.

Introdução

3. Introdução

Em meados dos anos 30, a resina acrílica (polimetil metacrilato) foi incorporada aos materiais odontológicos, tornando-se, a partir de 1940, o material mais utilizado na confecção de bases de próteses, devendo isto à sua característica de translucidez, a qual permite a imitação da aparência natural da gengiva, sendo esta a principal vantagem sobre o material antecessor, a borracha vulcanizada que, apesar de sua opacidade, apresentava propriedades físicas e mecânicas satisfatórias (SPENCER & GARIEFF⁴⁰, 1949).

As resinas acrílicas apresentam-se na forma de pó e líquido, onde o pó é o polímero (muitas moléculas de monômeros ligadas formando moléculas gigantes) e o líquido é o monômero (moléculas simples). Misturando o pó com o líquido, forma-se uma massa plástica que requer alguma forma de ativação (química ou física) para dar início a uma reação de adição exotérmica chamada de polimerização (DE CLERCK⁰⁹, 1987).

Tradicionalmente, a resina acrílica tem sido processada em moldes sob pressão, no interior de muflas metálicas imersas em água à temperatura controlada, por um tempo específico, para que ocorra a conversão do monômero em polímero (TAKAMATA & SETCOS⁴¹, 1989). Entretanto, através desse processo a resina acrílica apresenta algumas limitações como alteração dimensional e porosidade. Estes poros podem ser internos e/ou superficiais. Poros internos são considerados como área de concentração de stress, resultando em uma maior vulnerabilidade a deformações e distorções das bases de prótese, enquanto os superficiais dificultam a limpeza da mesma (SABT et al³¹, 1975, BAFILE et al⁰⁴, 1991 e PHILLIPS³⁷, 1993), permitindo a colonização de microorganismos e causando consequentemente, estomatite protética (DAVENPORT⁰⁸, 1970).

Na tentativa de simplificar a técnica de processamento e de melhorar as propriedades físicas, diferentes formas de processamento foram introduzidas: calor seco, vapor, infravermelho, luz visível e irradiação por microondas (LEVIN et al²³, 1989, TAKAMATA & SETCOS⁴¹, 1989).

NISHII²⁶, em 1968, foi o primeiro a utilizar a energia de microondas com a finalidade de polimerizar a resina acrílica. Este processo ocorre através do aquecimento dielétrico, no qual a energia é simultaneamente absorvida pela área superficial e interna da resina. Desta forma, elimina-se o tempo necessário para transferir o calor da água quente para a mufla, para o gesso de revestimento e, por fim, para a resina, fazendo com que este processo seja bastante rápido. Em 1985, REITZ et al.²⁷ concluíram que as propriedades

físicas (dureza, resistência transversal e porosidade) da resina polimerizada por microondas não são estatisticamente diferentes da resina polimerizada pelo banho de água convencional, quando a espessura é de 2,5 mm. LEVIN et al.²³, em 1989, verificaram que a polimerização através da energia de microondas além de rápida, é um processo fácil e limpo.

Entretanto, as microondas são ondas eletromagnéticas que podem ser absorvidas, transmitidas ou refletidas, dependendo do tipo de material presente no campo eletromagnético. Na presença de metal, as microondas são refletidas, sendo este um material totalmente intransponível para as mesmas (Al DOORI et al.⁰¹, 1988).

Considerando que, em uma prótese parcial removível, a base de resina acrílica envolve uma grade metálica e, sabendo que o metal é um material intransponível para as microondas, seria possível afirmar que, teoricamente, a presença de metal no interior da massa de resina poderia interferir na polimerização da mesma e, conseqüentemente, em suas propriedades físicas.

Para se avaliar a efetividade da polimerização de resinas acrílicas dentais submetidas ao processamento através da energia de microondas na presença de metal foram utilizados o teste de dureza superficial, que é usado como um indicador de outras propriedades (PHILLIPS³⁷, 1993), a dosagem de monômero residual a qual permite verificar a conversão do monômero em polímero alcançada (JAGGER¹⁵, 1978) e a porosidade que é uma das limitações da técnica de processamento (DE CLERK⁰⁹, 1987).

Revisão Bibliográfica

4. Revisão Bibliográfica

SPENCER & GARIEFF⁴⁰, em 1949, compararam as características do material plástico (resina acrílica) com as da borracha vulcanizada (vulcanite) para a confecção de bases de próteses, e verificaram que o plástico apresenta vantagens sobre a borracha vulcanizada, tais como: a) fácil manipulação e reparo, b) melhor condutibilidade térmica, c) resistência ao crescimento bacteriano, d) translucidez e estabilidade de cor, e) menor permeabilidade aos fluidos bucais e f) menor contração durante o processamento. Porém a vulcanite apresenta algumas vantagens sobre o material plástico como: maior tolerância dos tecidos orais e mais baixa gravidade específica. Segundo os autores, os plásticos, quando bem processados, apresentam vantagens definitivas sobre a vulcanite.

SMITH & BAINS³⁸, em 1956, detiveram-se, principalmente, em desenvolver um método para a estimação e detecção de monômero residual. Com este intuito, utilizaram métodos qualitativo e quantitativo. No método qualitativo, a detecção do monômero foi verificada através de uma reação química na qual o reagente é uma solução aquosa de permanganato de potássio a 0,001 N. Reagindo a solução de permanganato de potássio com a solução de monômero, ocorreram mudanças na coloração que variavam do vermelho até o amarelo, de acordo com a concentração do monômero. O limite inferior para o teste foi de 1 em 3 ppm. As alterações na coloração obtidas para os pós de polímero comerciais indicaram a presença de monômero residual nos mesmos. Além disso, foi observada semelhante alteração de cor quando uma mistura de polímero / monômero foi polimerizada por um curto espaço de tempo. No entanto, quando utilizado ciclo longo de polimerização, nenhuma alteração era verificada. Esta observação permitiu verificar que este teste era específico para metil metacrilato residual. Entretanto, este método é qualitativo, sendo necessária a utilização de métodos quantitativos. Dentre os métodos quantitativos existentes, o mais adequado era o de brometo de potássio a 50% em ácido acético. 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 horas a 72°C uma 2ª amostra apresentava aproximadamente 1% de monômero residual. Corpos de prova que foram processados sob essas mesmas 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 polímeros bem polimerizados, enquanto em corpos de prova submetidos a ciclos de polimerização incompletos, o monômero foi rapidamente lixiviado pela água. Os autores também utilizaram a espectrofotometria para determinar a presença de monômero residual através do espectrofotômetro Perkin-Elmer na faixa de absorção infravermelho. Os resultados obtidos foram comparados com os anteriores e verificaram que, embora os resultados obtidos pelo espectrofotômetro fossem positivos, a determinação não era tão boa quanto o método químico.

SMITH³⁹ em 1958, determinou a concentração de monômero residual em próteses totais e em amostras feitas de resina acrílica rosa e incolor, submetidas a diferentes ciclos de polimerização. A concentração do monômero foi determinada pelo método químico (Smith e Bains, 1956). Foram confeccionadas próteses totais superiores, polimerizadas através dos ciclos: a) 336 horas à temperatura constante de 70°C e b) 1,5h a 70 °C seguido de 1 até 9 horas à temperatura de 100°C. Após o término do processo as próteses totais foram bisseccionadas, e uma das partes foi dividida em fragmentos, os quais foram pesados cuidadosamente e dissolvidos em ácido acético glacial e a concentração de monômero residual, determinada. As concentrações de monômero residual variaram conforme a área da qual o fragmento foi removido: vestibular, borda vestibular, lingual, borda lingual e palato. Esta variação foi atribuída à provável diferença de temperatura entre essas áreas durante o ciclo de cura a qual se deve a diferenças de espessura do material e a taxa de perda de calor. Quanto às amostras o autor utilizou corpos de prova com dimensões de 2,0 x 2,0 x 0,2 cm e, com a mesma técnica de dosagem verificou uma rápida queda inicial na concentração do monômero seguida de uma diminuição linear com o tempo.

A utilização da irradiação de microondas para a polimerização de resinas acrílicas foi relatada pela primeira vez por NISHII²⁶, em 1968. Esse método proporciona um aquecimento imediato tanto da superfície 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 65,0 x 13,0 x 9,0 mm confeccionadas em resina acrílica termopolimerizável em muflas metálicas perfuradas irradiadas por 9

minutos com a presença de um beker com água para evitar um superaquecimento. Também verificou outras propriedades físicas como: sorção de água; dureza, resistência à tração; resistência transversal; deflexão transversal; resistência à retenção dos dentes artificiais e adaptabilidade das bases de prótese, com esta finalidade novas amostras foram confeccionadas através da irradiação por 9, 10, 11 e 12 minutos. Os resultados obtidos na pesquisa foram os seguintes : a) resina livre de poros foi obtida com a redução da energia de alta frequência; b) as propriedades físicas das resinas irradiadas por 11 minutos foram tão satisfatórias quanto as das resinas polimerizadas em banho de água.

DAVENPORT⁰⁸ em 1970, investigou a distribuição e concentração de Candida albicans em pacientes portadores de próteses totais superiores com estomatite protética. Foram preparados esfregaços da superfície da prótese que fica em contato com a mucosa e da própria mucosa de 50 pacientes portadores de mucosa inflamada. Estes, foram comparados com esfregaços feitos em 50 pacientes portadores de prótese, porém, com mucosa sadia. Ainda, biópsias foram realizadas, retirando-se uma amostra circular de 3,0 mm de diâmetro da mucosa palatal inflamada. O autor verificou um número abundante destes microorganismos nos esfregaços e, em geral, um número maior de colônias com Candida albicans foi visto nos esfregaços originários das próteses, resultado este confirmado pelas biópsias. Segundo o autor, a estomatite protética está associada primeiramente à proliferação de Cândida albicans, que ocorre na placa bacteriana da prótese e, em uma segunda fase, na mucosa, sugerindo que o tratamento deva ser direcionado para reduzir a quantidade de microorganismos presentes sobre as próteses.

SABT et al³¹, em 1975, estudaram a porosidade da resina acrílica dental relacionando-a com diferentes ciclos de polimerização, e o material de inclusão no qual a resina era processada. Setenta corpos de prova com 27,0 mm de diâmetro x 1,0 mm de espessura foram confeccionados e divididos em cinco grupos de 14 elementos. Cada grupo foi subdividido em dois subgrupos segundo o material de inclusão utilizado, sendo que um grupo foi incluído em gesso paris, e o outro, em gesso pedra (MOLDANO). Resina acrílica convencional foi inserida nos moldes e polimerizada pelos seguintes métodos: a) banho d'água a 71,11° C por 3 horas, seguido de 1 hora a 100° C; b) banho d'água a 65,55° C por 90 min, seguido de 1 hora a 1002° F; c) banho d'água a 73,89° C por 8 horas, seguido de 30 min em água fervendo; d)banho d'água a 60° C por 30 min., 71,11° C por mais 20 min e

100° C por minutos; e) banho d'água a 71,11° C por 9 horas. As amostras foram polidas e a gravidade específica determinada utilizando o princípio de Arquimedes. Cada corpo de prova foi pesado em ar e a densidade calculada em g/cm³. Os resultados indicaram que o gesso não tem efeito sobre a porosidade quando os ciclos b e c foram utilizados.

Em 1976, McCABE & BASKER²⁴ utilizaram a cromatografia gás-líquida para investigar os efeitos das condições de cura sobre o conteúdo de monômero residual de resinas acrílicas dentais. Foram preparados corpos de prova com as dimensões de 50 mm x 50 mm x 3 mm de 2 tipos de resinas: Stellan (termopolimerizável) e De Trey (autopolimerizável). A 1ª foi submetida a 4 diferentes ciclos de cura: a) 7 horas a 70° C seguidas por 3 horas a 100°C calor úmido; b) o mesmo período em calor seco; c) 20 minutos em água fervente seguidos de 20 minutos em água aquecida e mais 20 minutos em água em ebulição; d) 20 minutos em água fervente. Observou-se que o nível menor de monômero residual ocorreu no ciclo longo em calor úmido. Quanto aos demais ciclos, o nível de monômero detectado foi semelhante. Na resina autopolimerizável, foi encontrado o mais alto nível de conteúdo de monômero residual apresentando-se 4 vezes maior que o 1º ciclo citado para a resina termopolimerizável. Além desta pesquisa laboratorial, 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) que teve início após a colocação da nova prótese total de resina acrílica. Quando se removia a prótese a ardência cessava em aproximadamente 1 hora se a prótese fosse reposicionada os sintomas reapareciam em ½ hora. Fragmentos foram retirados da prótese e analisados através da cromatografia gás-líquida revelando uma concentração de monômero de 0,233% que foi 6 vezes maior que o valor encontrado anteriormente nos corpos de prova submetidos ao 1º ciclo de polimerização. Para o tratamento dessa paciente foram confeccionadas 2 próteses totais com a mesma resina e processados de acordo com o 1º ciclo já mencionado. Uma prótese foi dada a paciente enquanto a outra foi analisada quanto a presença de monômero residual e o resultado encontrado de 0,053% foi bastante menor que o anterior. A paciente mesmo após 2 semanas de uso da prótese, não apresentou nenhum sintoma.

Em 1978, JAGGER¹⁵ investigou o efeito do ciclo de polimerização sobre o grau de polimerização da resina acrílica e suas propriedades mecânicas. As amostras de resina

termopolimerizável convencional foram preparadas misturando pó e líquido na proporção de 3,5 para 1 em volume e foram submetidas a quatro diferentes ciclos: 1) 7h a 70^o; 2) 14h a 70^o; 3) 1h a 100^o; 4) 7h a 70^o + 1h a 100^o. Para estudar a estrutura do polímero, a amostra foi imersa em ácido nítrico a 81% por 5 segundos, lavada em água, secada com ar comprimido, examinada e fotografada através da lente Zeiss Ultraphot. A viscosidade da solução foi verificada pela dissolução de 5g de polímero em 100 ml de clorofórmio em banho de água à temperatura controlada de 20 ± 0,5^o C, conforme B.S.S. 188 (1957). A quantidade de monômero residual foi verificada pela cromatografia gasosa. O teste de dureza foi realizado em microdurômetro WALLACE, e o de resistência transversa, em máquina INSTRON com velocidade de penetração de 5 cm/min. A sorção de água foi verificada através da variação de peso do corpo de prova. Os resultados sugeriram que o ciclo de polimerização não é importante na dissolução do polímero no monômero, sendo improvável que a proporção de matriz/polímero residual interfira nas propriedades mecânicas observadas; é mais provável que o grau de polimerização da matriz intersticial seja responsável pelas alterações nas propriedades estudadas. Os autores concluíram que: a) não há correlação entre o ciclo de cura e a estrutura do polímero; b) o ciclo de 7h a 70^o C mais 1h a 100^o C produziu o material com a melhor dureza e resistência transversal; c) há uma correlação entre a presença de monômero residual e dureza, resistência transversal e sorção de água, sugerindo que a concentração de monômero residual é o parâmetro mais importante na determinação das propriedades por eles estudadas.

Em 1979, FARAJ & ELLIS¹¹ tiveram por objetivo desenvolver um trabalho para avaliar as alterações de temperatura que ocorriam durante o processamento de resinas acrílicas dentais termo e autopolimerizáveis, comparando-as quanto a presença de poros, alteração dimensional, sorção d'água e módulo de elasticidade. Matrizes com 50 mm de diâmetro e 8 mm de espessura foram incluídas em gesso, de maneira a produzir o molde para a amostra. Durante a inclusão, foram colocadas hastes no gesso, as quais formaram canais para a acomodação de pares termoeletrônicos em três posições no gesso e no interior da resina. Estes detectaram as temperaturas atingidas durante o processamento das resinas acrílicas auto e termopolimerizáveis. A resina termopolimerizável foi polimerizada a 70^o C e 100^o C, enquanto as autopolimerizáveis à temperatura ambiente. A densidade das amostras foi determinada pelo peso em ar e em água a 21 ± 1^o C imediatamente após a abertura da mufla. As alterações dimensionais que ocorrem durante o processamento foram medidas

através de dimensões de círculos marcados no gesso. O módulo de elasticidade foi verificado em corpos de prova de 6,0 cm x 1,0 cm x 1,7 mm, através de carga de 100 g/min. Os autores verificaram que a resina autopolimerizável completa a sua polimerização satisfatoriamente sem temperatura exotérmica elevada, mas o processo continua por um período longo. Não foi encontrada porosidade interna na resina polimerizada a 70° C, porém quando processada a 100° C, foi observada porosidade. Houve contração dimensional de 0,53 e 0,26% e a densidade de 1,19 e 1,18, para as resinas termo e autopolimerizáveis, respectivamente.

Em 1980, RUYTER³⁰ se preocupou em investigar a liberação e a origem de formaldeído em resinas acrílicas dentais termopolimerizadas, autopolimerizadas e fluidas. O método utilizado para determinar o formaldeído foi baseado na sua reação química com dimedone. Foram utilizadas 9 marcas diferentes de resinas que possuíam ligações cruzadas, das quais foram preparados discos com 50 ± 1 mm de diâmetro e $0,5 \pm 1$ mm de espessura. A resina termopolimerizável foi processada sob pressão, em água a 73° C por 90 min e com adicionais 30 min em água fervendo. As amostras foram armazenadas durante 4 dias em temperatura de 23 ± 1 ° C, em ar ou atmosfera purificada com argônio, antes da imersão em água. Os corpos de prova foram então imersos por 72 horas em 31,5 ml de solução aquosa de dimedone a 37 ± 1 ° C. O sistema era fechado para evitar contaminação com o formaldeído do meio. Após as 72 horas, 30 ml de etanol foram adicionados à solução, mantidos sob agitação por 30 min. A determinação quantitativa do produto formaldeído-dimedone foi realizada através da cromatografia líquida de alta resolução. Também foi analisada a composição do monômero através da cromatografia gasosa combinada com espectrometria de massa e, a determinação do oxigênio no monômero líquido foi feita através de um analisador de oxigênio. Os autores concluíram que: a liberação de formaldeído depende das condições de processamento e composição da resina; a resina termopolimerizável libera menores quantidades de formaldeído que as resinas autopolimerizável e fluida; o método é específico para formaldeído.

Também em 1980, AUSTIN & BASKER⁰³ desenvolveram um estudo cujos objetivos foram: descrever um método para a estimação do monômero residual e a verificação de sua precisão; investigar o efeito dos procedimentos de manipulação sobre o conteúdo de monômero da resina acrílica; e a descrever casos clínicos nos quais foi

atribuída à alta concentração de monômero residual a causa de danos a mucosa oral. Nesse trabalho, foram utilizados corpos de prova de resina termopolimerizável e resina de polimetil metacrilato (PERSPEX). A resina termopolimerizável foi submetida a 2 tipos de ciclo de polimerização, um longo e outro curto; os corpos de prova também variaram de espessura, apresentando de 2 a 4 mm, e o armazenamento foi feito a seco e na água. A extração do monômero foi feita após 1 hora e, a seguir, analisado através da cromatografia gás-líquida. Os autores provaram que o método proposto nesse trabalho é um método preciso, reproduzível e que requer pouca quantidade de material para ser executado. Também verificaram que há uma relação entre o conteúdo de monômero residual, temperatura atingida e tempo de polimerização, que em ciclos longos o nível de monômero residual detectado foi de 0,29%; que em ciclos curtos o nível de monômero aumentou mais de 700%. Igualmente, foi observado que amostras mais finas tendiam a apresentar uma maior concentração de monômero residual que as amostras mais espessas, quando submetidas ao mesmo ciclo de polimerização, e atribuíram isso ao fato de a polimerização ser uma reação química exotérmica e que atinge mais altas temperaturas nas regiões mais espessas convertendo maior quantidade de monômero em polímero. Observaram, ainda, que não havia diferença significativa quanto ao conteúdo de monômero entre as amostras que foram armazenadas em água e aquelas que foram mantidas em lugar seco. No caso clínico reportado nessa pesquisa, a irritação da mucosa foi atribuída a presença de monômero residual na base da prótese total, o qual encontrava-se 6 a 11 vezes maior que o conteúdo normal de uma resina termicamente ativada, quando submetida ao ciclo longo.

Em 1982, LAMB et al²² desenvolveram um estudo com a proposta de avaliar a quantidade de monômero residual de resinas autopolimerizáveis o qual se difundia para a água e de se observar se havia alguma quantidade de monômero que não era lixiviado. Foram preparados corpos de prova, com proporção pó/líquido indicada pelo fabricante e processados em polimerizadora sob 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 utilizado um espectrômetro Perkin Elmer e espectrômetro de ressonância elétron spin. 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) cortes muito finos com 24 µm de espessura e 1 mm de largura. Os discos eram imersos em 50 ml de água destilada e armazenados a 37° C; após o tempo

determinado, 5 ml da água eram retirados para análise do monômero dissolvido, e a água de imersão era novamente renovada. Um único corte foi imerso em 4 ml de água destilada, dentro de uma cubeta fechada e inserida no espectrômetro; registros automáticos do espectro de absorção foram feitos até que não fosse mais detectado aumento de monômero na água. Cortes dos discos de resina foram colocados imersos em 100 ml de água destilada, 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, e 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 de metil metacrilato o que sugere que, imediatamente após o ciclo de polimerização, a concentração de monômero residual é reduzida por dois mecanismos, difusão do monômero e adicional polimerização.

No ano seguinte, LAMB et al.²¹ realizaram um estudo com a finalidade de determinar as concentrações de monômero residual em resinas autopolimerizáveis, após 40 dias da polimerização inicial, relacionando as alterações produzidas pela variação na proporção pó/líquido da mistura, com as mudanças na temperatura de polimerização e armazenagem, e pela função da oxigenação molecular. Nesse trabalho, foi utilizada a resina autopolimerizável SIMPLEX. Os métodos de análise foram: espectrômetro de ressonância eletrônica e espectrofotometria com a absorção na faixa do infravermelho. Os resultados desta pesquisa permitiram as seguintes conclusões: os radicais livres presentes na resina autopolimerizável após a polimerização inicial são os principais responsáveis pela redução da concentração de monômero residual com o tempo; após uma polimerização inicial em 22°C, a concentração de monômero inicial é maior que após a polimerização a 55°C; no entanto, uma amostra polimerizada a baixa temperatura possui uma maior quantidade de radicais livres o que proporciona uma concentração de monômero final menor que em amostras curadas a altas temperaturas. O nível de monômero residual em uma resina autopolimerizada pode ser reduzido por aumento da relação pó/líquido, polimerização

inicial a baixa temperatura, seguida de uma polimerização a alta temperatura e com exclusão do ar.

KIMURA et al¹⁸, em 1983, estudaram a utilização da energia de microondas para polimerizar a resina acrílica dental. Foram utilizadas resinas acrílicas termopolimerizáveis transparente e rosa, utilizando as seguintes proporções de polímero e monômero: 2,4 / 1 e 2 / 1, em peso, respectivamente. Também foram utilizados dentes artificiais de resina acrílica e de porcelana. Misturas de pó e líquido com diferentes pesos (7, 15, e 21g) foram irradiadas em microondas por 5, 10, 15, 20, 30, 35 e 40 s, para verificar o tempo necessário para atingir a fase plástica e a completa polimerização. Também as seguintes características foram avaliadas: 1) Deformação do molde de gesso após a irradiação com microondas por 0,5 a 20 minutos. 2) Porosidade dos corpos de prova com as seguintes dimensões: a) 20 x 20 x 5 mm processados por 2 a 15 minutos e resfriados a temperatura ambiente;b) 20 x 20 x 10 mm polimerizados por 3 minutos e resfriados em água gelada, água corrente e na bancada;c) 20 x 20 x 1,5 ou 3 mm polimerizados por 3 minutos;d) 20 x 20 x 3 mm contendo um grampo metálico com 0,9 mm de diâmetro. 3) Adaptação das bases de próteses polimerizadas através dos seguintes métodos: a) banho de água elevando a temperatura para 100° C em 60 minutos e mantendo em água fervente por 30 minutos; b) energia de microondas por 3 minutos. 4) Estabilidade da cor e formação de trincas em próteses totais confeccionadas com dentes de resina e porcelana.

Os autores concluíram que:

- embora a mistura polímero/monômero geralmente atinja a fase plástica em 15 a 20 minutos, à temperatura ambiente, este tempo pode ser diminuído com o auxílio do microondas;
- embora a temperatura do molde atingisse 100° C, após 1 min de irradiação de microondas, a deformação do molde raramente foi observada;
- a porosidade foi raramente observada quando a resina foi polimerizada por 3 min e resfriada em ar, e não foi observada porosidade ao redor do grampo metálico;
- a adaptação da base de prótese polimerizada por microondas foi melhor que a adaptação da base de prótese processada pelo banho de água;
- alteração de cor e frinchas nos dentes artificiais quase não foram observadas nas próteses processadas em microondas.

Preocupados com a irritação tecidual que o monômero residual pode causar, FLETCHER et al.¹² investigaram, em 1983, através da cromatografia gás-líquida, a concentração de monômero residual em 2 resinas autopolimerizáveis, comparando com uma termopolimerizável. Foram confeccionadas amostras variando a espessura de 2 e 4 mm. Ambas as amostras exibiram mais alto nível de monômero residual que as de resinas termopolimerizáveis, sendo ainda mais alta a concentração de monômero residual nas amostras mais delgadas, indicando a importância de se manter uma base de prótese total autopolimerizável em água o maior tempo possível, antes de colocá-la no paciente.

Em 1985, JEROLIMOV et al.¹⁶ verificaram se a alteração da proporção polímero/monômero das resinas acrílicas dentais termopolimerizáveis resultaria em alterações dos níveis de monômero residual do produto já pronto e se haveria relação entre a quantidade de monômero residual e as propriedades flexurais. Foram feitos 40 corpos de prova foram divididos em 10 grupos, onde foram combinados dois ciclos de polimerização com diferentes proporções pó/líquido. Os ciclos utilizados foram: a) 14 horas a 70° C e b) 7 horas a 70° C mais 3 horas a 100° C. As proporções pó/ líquido foram: 1,5/1; 2/1; 2,5/1; 3,5/1; 4,5/1. O monômero residual foi extraído pelo refluxo em metanol e analisado através da cromatografia gasosa. Segundo os autores: a) as propriedades flexurais das resinas termopolimerizáveis melhoram com a redução do monômero residual; b) o ciclo de polimerização tem maior influência que a razão polímero/monômero na redução dos níveis de monômero residual; c) o ciclo que utilizou o tempo adicional de 3 horas a 100° C produziu os menores níveis de monômero residual; d) para o ciclo que não utilizou o tempo final com água fervente à medida que a proporção pó/líquido aumentou houve uma diminuição significativa dos níveis de monômero com uma leve melhora das propriedades flexurais.

No ano de 1985, REITZ et al.²⁷ publicaram um trabalho no qual comparam algumas propriedades físicas de uma amostra de resina acrílica polimerizada através da energia de microondas com uma amostra da mesma resina polimerizada pelo método convencional. Dez corpos de prova de resina (metil metacrilato) medindo 25 x 12 x 2,5 mm foram processados em banho d'água por 8 horas a 73,89° C, e outros dez corpos de prova idênticos foram processados em forno de microondas a 400 W, por 2 e 1/2 min para cada lado da mufla. Para a avaliação da porosidade, as amostras foram polidas e imersas em tinta

preta e repolidas para a remoção do excesso de tinta. As amostras foram examinadas com aumento de 20x. A dureza foi avaliada através de um impressor Barcol; a resistência transversal verificada através da máquina Instron. Segundo os autores, não houve diferença significativa para as amostras produzidas de ambas as maneiras. Para melhor avaliar a porosidade, os autores fizeram mais 20 amostras processadas da mesma maneira, porém medindo 3 x 1 x 1 cm. Estas foram cortadas no centro, e a superfície do corte examinada, sendo detectada porosidade nas amostras processadas pela energia de microondas. Ainda foram confeccionadas mais 10 amostras idênticas as últimas em dimensão, porém processadas a 90 W por 6,5 min para cada lado da mufla e dessa maneira foi possível observar a redução acentuada da porosidade interna das amostras. De acordo com os autores, a porosidade em seções mais espessas pode ser reduzida aumentando-se o tempo e reduzindo-se a potência.

Preocupados com o risco de infecção de pacientes, auxiliares e do próprio profissional, ROHRER & BULARD²⁹, em 1985, realizaram um estudo com o objetivo de desenvolver um método não destrutivo e seguro para a esterilização de instrumentos odontológicos metálicos, canetas de alta rotação, peças de mão e brocas. Nesse experimento, foi verificada a possibilidade da utilização da energia de microondas para esse fim, sendo necessária a adaptação de um forno de microondas convencional, o qual apresenta rotação no sentido horizontal e vertical. Os autores verificaram que a esterilização efetiva de instrumentos metálicos, canetas de alta rotação, peças de mão, brocas e próteses acrílicas pode ocorrer desde que o forno seja adaptado para que haja rotação tridimensional e que o magnetron seja protegido da reflexão das ondas eletromagnéticas, com a colocação de um material absorvente apropriado.

Ainda em 1985, STAFFORD & BROOKS³⁵ investigaram o nível de monômero residual em 6 diferentes marcas de resinas utilizadas para aparelhos ortodônticos em função do tempo. Foram utilizadas 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 a polimerização continuada e a 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 superfície é liberada e o remanescente influencia somente nas propriedades mecânicas das resinas.

WOLFAARDT et al⁴⁴, em 1986, estudou a ocorrência e a natureza da porosidade de resinas acrílicas dentais termopolimerizáveis. Foram confeccionadas 128 amostras com variação de $\pm 0,1$ a 4,5 mm na espessura com resina acrílica convencional polimerizada pelo ciclo padrão, de acordo com as especificações da A.D.A., e pelo ciclo rápido inserindo as amostras em água fervente por 1 hora. Para a avaliação, cada corpo de prova foi dividido em três regiões: zona central, zona média e zona periférica. Cada espécie foi examinada quanto à concentração, à forma, ao tamanho e à posição dos poros em microscópio com transiluminação, sob o aumento de 8 ou 25 vezes. Os resultados sugeriram que variáveis de processamento como contração de polimerização, inclusão de gases, homogeneidade inadequada da massa são fatores que podem resultar em formação de poros, com maior interferência em sessões mais espessas da resina acrílica

Em 1987, DE CLERCK⁰⁹ desenvolveu um estudo para verificar se as microondas desenvolveriam calor suficiente para desencadear polimerização na resina acrílica de maneira rápida e com menor risco de poros, devido à maior dissipação do calor e se essa técnica eliminaria o tempo necessário para a transferência de calor da água quente através das várias estruturas, tais como mufla, gesso pedra, modelo, até chegar à resina. Vários testes foram realizados para provar essa hipótese, e o autor concluiu que o processamento através da energia de microondas reduz bastante o tempo na confecção de próteses totais. As resinas processadas através da energia de microondas tem menor quantidade de monômero residual e propriedades físicas tão boas quanto às de resinas processadas pelo método convencional. Este método de polimerização requer muflas especiais.

Nesse mesmo ano, SANDERS et al.³³ preocuparam-se em determinar se havia diferença na quantidade de poros de 5 marcas representativas de resinas acrílicas dentais, quando submetidas à energia de microondas, resfriadas subitamente ou lentamente, sobre a bancada até a temperatura ambiente. Os autores também compararam os dois métodos de polimerização: em microondas e em banho d'água. Blocos medindo 4,3 x 1,0 x 1,0 cm foram confeccionados das 5 diferentes marcas de resina acrílica e submetidos aos seguintes

ciclos: 1) banho de água a 76,67° C por 9 horas e resfriamento subitito por 20 min em água corrente; 2) irradiação de microondas a 90 W em forno com prato giratório por 6,5 min de cada lado da amostra e após 15 min . foram resfriados em água corrente por 45 min; 3) polimerização em microondas da mesma forma anterior, porém com resfriamento à temperatura ambiente por 2 ½ horas. Os corpos de prova foram cortados, todas as superfícies foram polidas e aplicada tinta nanquim para avaliar a porosidade. Estas superfícies foram repolidas e então avaliadas por três pesquisadores já calibrados. Os resultados indicaram que houve uniformidade na formação dos poros para todas as resinas e técnicas de polimerização. A resina formulada para a polimerização em microondas exibiu menor nível de porosidade que as demais.

Em 1988, AL DOORI et al⁰¹ compararam o sistema de polimerização da resina acrílica dental termopolimerizável (polimetilmetacrilato) através da energia de microondas com o método convencional através do banho d'água. Os autores verificaram o peso molecular, a conversão do monômero e a porosidade de ambos os métodos. Foram utilizadas 4 resinas diferentes: 1°) PMMA (polimetilmetacrilato), contendo uma pequena percentagem de copolímero e no monômero, um agente de ligação cruzada; 2°) PMMA, contendo 2 a 5% de borracha (resina de auto-impacto); 3°) PMMA, homopolímero e monômero puro; 4°) polímero igual ao anterior e, no monômero, com 0,025% de dimetil-p-toluidina como ativador e 5% de agente de ligação cruzada. Os corpos de prova foram processados em forno de microondas por 24 min na potência de 70 W, utilizando muflas de poliéster reforçadas com fibra de vidro (FRP). O ciclo em água quente utilizado foi o de 7 h. a 70° C, seguido de 3h a 100° C, para as três primeiras resinas, sendo que a 4ª foi polimerizada utilizando 20 min em água fervendo. O monômero residual foi determinado através da cromatografia gasosa (GLC); o peso molecular foi determinado através da cromatografia de difusão de gel (GCP). Os autores verificaram que o peso molecular é essencialmente o mesmo, independente do método de polimerização utilizado; a conversão do monômero em polímero é satisfatória com a utilização do microondas, mas a mínima quantidade de monômero residual atingida pela resina polimerizada em banho d'água não foi alcançada; quanto à porosidade, o ciclo utilizado permitiu amostras livres de poros até a espessura de 3 mm.

Também em 1988, BAKER et al⁰⁵ desenvolveram um método através da cromatografia gás-líquida para detectar monômero residual em saliva, sangue e na urina. Também foi analisada a presença de monômero livre na saliva de voluntários saudáveis portadores de aparelhos palatinos de resina acrílica autopolimerizável e termopolimerizáveis. O monômero liberado na saliva foi detectado uma semana após a inserção dos aparelhos 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 hora, não sendo detectada a presença de monômero, quando o ciclo era 70° C por 3 horas. 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 horas antes de colocar em uso.

Objetivando comparar o método de polimerização através da energia de microondas com o método de banho em água quente, TRUONG & THOMASZ⁴³, em 1988, desenvolveram um estudo no qual investigaram propriedades físico-químicas de resinas submetidas a ambos os métodos. Foram utilizadas quatro marcas comerciais de resinas preparadas segundo as instruções do fabricante e processadas através dos seguintes métodos: a) banho de água - as muflas foram mergulhadas em água fervente, e o fogo foi desligado, vinte minutos depois; o calor foi reaplicado, e as muflas permaneceram em água fervente, por 10 minutos; b) microondas - polímero e monômero foram misturados e pré-curados por um minuto a 90 w e, em seguida, polimerizados por um dos 4 métodos: 1) curado por 13 minutos a 90 w; 2) curado por 24 minutos a 90 w; 3) curado a 90w por 30 minutos ; 4) 6 minutos a 60 w e mais 6 minutos a 90 w. Todas as amostras obtidas pelo processamento em microondas tiveram um tempo adicional de 2 minutos, a 500 w para a pós-cura. Após a polimerização por ambos os métodos, as muflas foram resfriadas em água corrente, por 20 minutos antes de serem abertas. Todas as amostras foram submetidas ao teste de porosidade, e apenas a resina polimerizada pelo método b) 1º de microondas foi submetida aos testes de sorção de água, resistência transversal, dureza, porosidade e extração de solvente. Através dos resultados, pode-se observar que, para a dureza e resistência transversal, não houve diferença significativa entre os dois métodos. Foi observada porosidade em todas as amostras, sendo esta atribuída ao excesso de calor do

início da polimerização. Para o monômero residual, foi verificada uma concentração maior para a amostra polimerizada em água fervente.

Em 1989, LEVIN et al.²³ realizaram uma revisão bibliográfica a respeito do uso de microondas para polimerizar resinas acrílicas dentais. Para os autores a superioridade das propriedades físicas das resinas polimerizadas através da energia de microondas podem estar exageradas. Esta nova tecnologia exige materiais diferentes e procedimentos próprios, e novas investigações devem continuar sendo feitas. A polimerização através da energia de microondas tem as vantagens de reduzir o tempo de polimerização e proporcionar um processamento mais limpo e fácil. Entretanto, este processamento tem a desvantagem de necessitar de muflas plásticas, que são relativamente caras e podem quebrar após o processamento de muitas próteses.

Em 1989, KODA et al.¹⁹ desenvolveram um método para quantificar monômero lixiviado das resinas acrílicas dentais através da cromatografia líquida de alta resolução. Eles compararam a liberação de monômero em água destilada de três resinas representativas de diferentes métodos de polimerização utilizados: resina polimerizada em banho de água (Acron), resina polimerizável através 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. Os autores concluíram, em sua pesquisa, 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, em banho de água e autopolimerizáveis liberam monômero em ordem crescente.

SHLOSBERG et al.³⁴, em 1989, conduziram um estudo onde compararam a técnica de polimerização da resina acrílica através da energia de microondas com a polimerização convencional, através do banho de água, verificando: a precisão dimensional e a porosidade de bases de resina para prótese total; as diferentes propriedades físicas da resina; a qualidade da resina convencional próxima e distante da estrutura metálica da PPR. Para a confecção das amostras foi utilizada somente resina acrílica convencional. Os ciclos de polimerização utilizados foram: a) banho de água à temperatura de 74°C por 8 horas, seguido de 1 hora a

100°C; b) irradiação de microondas por 13 minutos, na posição vertical a 90 W, seguida de 90 segundos com a potência de 500W. As muflas foram deixadas em bancada por, 20 minutos e, posteriormente, resfriadas em água corrente. As próteses totais foram armazenadas em água destilada, por 21 dias a 37°C. A precisão dimensional foi verificada através de um material de impressão interposto entre a prótese e modelo metálico sob carga de 3,36 Kg. A porosidade foi verificada através de um corte transversal da prótese na região de 1^{as} molares, a superfície foi polida e visualmente avaliada com aumento de 10 x as amostras retangulares medindo 65 mm x 10 mm x 3 mm foram confeccionadas de maneira igual, porém sendo submetidas aos seguintes testes: 1) densidade; 2) resistência transversal; 3) dureza KNOOP sob carga de 200g; 4) conteúdo de monômero residual, observado através da espectrofotometria infravermelha; 5) resistência da resina em reparos. Próteses Parciais Removíveis (classe I de Kennedy) também foram confeccionadas e, posteriormente, seccionadas transversalmente através da armação metálica; a superfície polida foi submetida ao teste de dureza KNOOP, porosidade e adaptação sendo avaliadas com aumento de 10 x. Os resultados indicaram que não foi encontrada nenhuma diferença significativa na precisão dimensional das próteses totais polimerizadas por ambas as técnicas, o mesmo ocorrendo com os demais resultados, sendo apenas a dureza as das resinas na região mais próxima (1mm) da estrutura metálica das PPRs menor que as demais.

Estudos tem mostrado que a indução de stress durante o processamento convencional da resina acrílica causa distorções nas bases de próteses. Com o objetivo de minimizar essa limitação, têm sido introduzidas diferentes formas de processamento (ativação química, luz visível e, irradiação por microondas) bem como alterações nos componentes das resinas acrílicas. TAKAMATA & SETCOS⁴¹, em 1989, realizaram uma revisão da literatura onde investigaram a precisão dimensional da resina termopolimerizável, das resinas fluidas e autopolimerizadas, das resinas ativadas através da luz visível e da energia de microondas. Também discutiram a respeito dos métodos de avaliação utilizados, concluindo que os melhores resultados foram atribuídos às resinas fluidas e às polimerizadas através da energia de microondas sob pressão.

ALKHATIB et al⁰², em 1990, desenvolveram um estudo onde verificaram resistência transversal, dureza e porosidade de duas resinas formuladas para polimerização por energia de microondas (ACRON-MC e JUSTI-MC) em confronto com uma resina

convencional polimerizada em banho de água quente. Foram utilizados dois diferentes ciclos de microondas: 1) ciclo curto (513 W por 4min e 52 s); 2) ciclo longo (75.9 W por 15 min e 26 s) 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 à resina convencional foi processada em microondas, 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 3 mm de espessura; já quando o ciclo longo foi utilizado não ocorreu porosidade até a espessura de 9 mm. Os resultados do teste de dureza indicaram que a resina Acron MC diferiu, significativamente, das dos demais grupos quando a espessura excedeu 3 mm de espessura. Nenhuma diferença significativa na resistência transversal foi notada entre os materiais .

Ainda trabalhando com resina acrílica, KODA et al²⁰ em 1990, investigaram a influência do PH da saliva artificial sobre a liberação de monômero residual (metil metacrilato), ácido metacrílico e ácido benzóico, através da cromatografia líquida de alta resolução. Foram utilizados os seguintes tipos de resinas acrílicas: a) autopolimerizável (Rebaron), b) polimerizadas através do banho de água 90°, a 70°C + 30' a 100°C(Acron) e c)resina para microondas (Acron-MC) em 3 min. . As amostras foram imersas em saliva artificial cujo PH variou entre 4,0 e 6,8 e a liberação de monômero foi quantificada em função do tempo. Os autores verificaram que houve liberação de monômero residual, ácido metacrílico e ácido benzóico de todas as resinas, sendo que as resinas autopolimerizáveis apresentaram os maiores valores para o monômero residual. Ainda verificaram maior liberação de metil metacrilato quando o PH da saliva era baixo e, com o PH alto, foi detectado um aumento de ácido metacrílico. Os resultados sugerem que a ação tóxica das resinas autopolimerizáveis, quando em PH baixo pode ser atribuída a presença de metil metacrilato e, em PH neutro, à presença de ácido metacrílico.

Em 1991, BAFILE et al⁰⁴ avaliaram a porosidade de resinas acrílicas polimerizadas pela energia de microondas, comparando com método convencional. Sete grupos de amostras foram confeccionados. O grupo controle (G1) era formado de 10 corpos de prova com monômero de metil metacrilato, polimerizados em banho de água a 76,11 ° C por 9 horas. Dos outros 6 grupos experimentais, 4 foram processados utilizando uma mistura do

polímero convencional com o monômero específico para a polimerização em microondas, e os dois últimos utilizaram polímero e monômero convencionais, variando o tempo, a potência e a presença ou não de prato giratório, da seguinte maneira: G2) 13 min a 90w + 2 min a 450w; G3) 61/2 min por lado a 90w + 1 min por lado a 450w; G 4) 10 min a 225 w; G5) 21/5 min por lado a 450w; G6) 13 min a 90w + 2 min a 450w; G7) 61/2 min por lado a 90w + 1 min por lado a 450w. Após o acabamento todos corpos de prova foram armazenados por 1 semana, em local seco. Cada componente foi pesado seco e posteriormente, imerso em água, para calcular, através de uma equação matemática, a percentagem média da porosidade dos corpos de prova. Também foi observada a porosidade interna e externa, com o auxílio de um microscópio com aumento de 10x. Os resultados mostraram nenhuma diferença significativa na média total de poros, entre o grupo controle e os grupos experimentais que utilizaram o líquido elaborado para a polimerização em microondas, sendo que os grupos experimentais que utilizaram o líquido convencional (metil metacrilato) apresentaram um valor médio de porosidade mais altos.

Em 1991, NOWLIN et al.²⁵ compararam as resinas Acron e Justi para processamento em microondas com a resina termopolimerizável Paragon, quanto à resistência transversal e à presença de poros. Foram confeccionadas 40 amostras medindo 5 x 10 x 30 mm; estas foram divididas em 8 grupos e processadas da seguinte maneira: 1) resina Acron pré-curada em bancada por 4 horas e polimerizada à potência de 70 W por 7 min para cada lado da mufla; 2) mesma resina processada a 490 W por 1 ½ minutos para cada lado da mufla; 3) resina Justi processada a 3 minutos para cada lado à potência de 490 W; 4) resina Paragon polimerizada a 3 minutos por lado à potência de 490 W; 5) resina Justi pré-curada por 30 min e polimerizada 13 min a 70 W e mais 1,5 min a 490 W com a mufla na posição vertical; 6) resina Paragon processada da mesma maneira que que a do grupo 5. A resistência transversal foi avaliada em máquina Instron, e a porosidade foi observada na superfície do corte. Os autores verificaram que não houve diferença significativa entre os grupos quanto a resistência transversal e que as resinas Justi e Acron apresentaram menor porosidade que a resina termopolimerizável Paragon.

Em 1992, DEL BEL CURY¹⁰, em seu estudo, comparou propriedades físico-químicas de 4 resinas, sob três condições de polimerização. As resinas Lucitone 550 (L) e Prothoplast (P) foram polimerizadas através de banho de água por 12 horas a 73° C; a

resina Acron foi polimerizada através da energia de microondas a 500 W por 3 min e a Orto-class (O), quimicamente ativada, polimerizada por 1 hora, à temperatura ambiente. Cinquenta amostras foram confeccionadas de acordo com a especificação nº 12 da A.D.A. e analisadas para: 1) Sorção e solubilidade em água, 2) resistência transversal e deflexão máxima, 3) resistência ao impacto e 4) liberação de monômero residual. A partir dos resultados, concluiu-se que as resinas diferem entre si em relação às suas propriedades físico-químicas, as quais não estão relacionadas ao tipo de polimerização a que foram submetidas.

TAUBERT & NOWLIN⁴², em 1992, investigaram a porosidade da resina acrílica termopolimerizável quando processada através da energia de microondas relacionando-a com o tempo decorrido entre a prensagem e a polimerização (pré-polimerização em bancada), a potência e tempo de processamento. Foram preparadas amostras medindo 1,0 x 1,0 x 3,0 cm divididas em 9 grupos que sofreram processamentos diferentes sendo que o tempo entre a prensagem e a polimerização foi de 0, 4 e 12 horas, as potências utilizadas foram 70, 280 e 490 W e o tempo de processamento em min para cada lado da mufla foi 7, 4,5 e 2,5 minutos respectivamente. As amostras foram seccionadas, e as faces do corte foram devidamente polidas e imersas em tinta preta que, após, foi limpa, permanecendo tinta somente nos poros. Os poros foram contados com aumento de 45 x. Os resultados indicaram que com o aumento do tempo e a redução da potência, a porosidade diminuiu. As amostras em que a polimerização foi imediatamente após a prensagem mostraram altos valores de porosidade. Com o aumento do tempo entre a prensagem e a polimerização, a porosidade tendeu a diminuir. Segundo os autores, os melhores resultados foram obtidos com o maior tempo decorrido entre a prensagem e a polimerização, baixa potência e tempo longo de processamento.

Nesse mesmo ano, HARRISON & HUGGET¹³ verificaram os níveis de monômero residual de homopolímero e copolímero através da cromatografia gás-líquida. Foram aplicados 11 diferentes ciclos de polimerização e obtidas concentrações de monômero residual variando de 0,56 a 18,46 %. Através da análise desses valores foi determinado o melhor ciclo de polimerização (7h a 70° C + 1h a 100° C) no qual se obteve a máxima conversão de monômero. Este ciclo foi utilizado para a polimerização de 23 diferentes marcas de resina para base de próteses totais, sendo verificada apenas uma pequena

diferença entre os materiais testados , com uma variação de 0,54 a 1,08 % de monômero residual.

ILBAY et al¹⁴ ,em 1994, desenvolveram um estudo para verificar se a resina acrílica convencional poderia ser polimerizada através da energia de microondas Com este objetivo, investigaram a variação do método de polimerização (potência e tempo) e propriedades mecânicas e físicas da resina obtida. Este experimento foi realizado em duas fases: na 1ª, 21 diferentes processos de polimerização foram executados alterando o tempo(1, 2, 3, 6, 8, 10 minutos) e a potência (110, 165, 220, 275, 330, 550W) . Foram confeccionados 8 discos de 20 mm de diâmetro e 1 mm de espessura para cada tipo de processamento, e o teste de dureza Vickers foi aplicado para cada elemento da amostra, de acordo com os padrões técnicos do Deutsches Institut für Normung, 1981; na 2ª , foi preparada uma amostra utilizando somente os tipos de processamentos que alcançaram os melhores resultados de dureza na primeira fase, sendo avaliados então: resistência transversal, deflexão, solubilidade e sorção de água. Os pesquisadores verificaram que, dos 21 tipos de processamentos, somente 15 polimerizaram, sendo que o tempo de polimerização mínimo foi de 2 minutos na potência máxima de 550 W, e o maior tempo foi de 10 minutos, na potência de 110 W. Não houve porosidade significativa em qualquer das amostras polimerizadas, porém aquelas obtidas em altas potências se mostraram mais porosas. Quanto à dureza e à resistência transversal, os do método de polimerização através da energia de microondas forneceu valores tão satisfatórios quanto o método de polimerização convencional. Os valores de deflexão transversal, sorção de água e solubilidade estão em conformidade com as especificações da A.D.A. Os autores concluíram que as resinas acrílicas convencionais para base de prótese podem ser polimerizadas adequadamente, pela energia de microondas.

Neste mesmo ano, YUNUS et al.⁴⁵ avaliaram o efeito da polimerização, através da energia de microondas sobre os níveis de monômero residual de uma resina autopolimerizável recomendada para reparos, reembasamentos e aparelhos ortodônticos (MELIODENT) e sobre a resistência transversal de uma resina convencional após reparo. Para a detecção do monômero residual, corpos de prova medindo 20 x 20 x 3 mm, foram produzidos através de 3 métodos de polimerização: 1) polimerização sobre a bancada a temperatura de 20° C; 2) polimerização imersa em água, sob pressão de 2.2 Bar por 20 min

a 35° C; 3) irradiação por microondas a 50 W durante 5 minutos. Para determinar o monômero residual foram usados os procedimentos segundo Austin & Basker (1980), consistindo, basicamente, em extrair o monômero através do refluxo com o metanol e, posteriormente, analisando a solução através da cromatografia gasosa, determinando a concentração de monômero residual em intervalos de 20 min, 1 hora, 1 semana e 1 mês, após a preparação do corpo de prova. Para a avaliação da resistência transversal, blocos de resina convencional (TREVALON) em número de 30 foram confeccionados em banho de água num ciclo de 7 horas a 70° C seguido de 1 hora a 100° C. Estes blocos foram preparados e armazenados por 28 dias, imersos em água a 37° C. A seguir, foram fraturados e reparados com resina MELIODENT e divididos em 3 grupos de 10 elementos que receberam o processamento de acordo com os ciclos de polimerização citados anteriormente. Após 1 hora do reparo todos os elementos foram submetidos ao teste de resistência transversal, de acordo com a British Standard 2487:1989. Os resultados demonstraram que o mais baixo nível de monômero residual foi atingido com a polimerização utilizando energia de microondas e que, dos três métodos utilizados, a polimerização através de microondas resultou no reparo mais forte.

SADAMORI et al.³², em 1994, avaliaram a influência da espessura e da localização no corpo de prova, sobre a concentração de monômero residual de espécimes de resina acrílica que foram submetidas a três diferentes métodos de processamento: a) 90 min a 70° C seguido de 30 min a 100° C em banho de água quente; b) 15 min. a 50° C e pressão de 3,6 kgf/cm² em banho de água pressurizado; c) 3 min a 500 W em forno de microondas. Os níveis de monômero foram medidos pela cromatografia gás-líquida. Os autores verificaram que a concentração de monômero residual depende do método de processamento e da espessura do corpo de prova de resina acrílica, mas não depende da localização dentro do mesmo. Os resultados sugerem que a precisão e estabilidade das próteses de resina acrílica poderiam ser influenciadas pelo método de processamento, pela espessura e pela forma da base.

Em 1995, RODRIGUES GARCIA²⁸ estudou a adaptação e porosidade de bases de próteses submetidas a dois ciclos de polimerização. Foram preparados 36 corpos de prova, divididos em 3 grupos de 12 elementos cada. Bases de resina acrílica convencional foram confeccionadas sobre os modelos dos grupos 1 (G1) e 2 (G2), polimerizadas em banho de

água durante 9 horas a 73°C; bases de resina para microondas foram construídas sobre os modelos do grupo 3 (G3) e polimerizadas em forno de microondas 500 W durante 3 min. A adaptação foi verificada através do peso de um material de moldagem interposto entre a base e o modelo mestre, sob carga de 2 kg. A seguir, todas as bases foram reembasadas pelo método de adição, sendo que aquelas dos grupos 1 e 3 foram reembasadas com o mesmo material e técnica de polimerização. As bases do grupo 2 foram preenchidas com a mesma resina, porém curadas em forno de microondas a 500 W por 3 min e a adaptação foi novamente avaliada. A porosidade foi verificada através da imersão das amostras polidas em tinta preta, e os poros contados em lupa estereoscópica com aumento de 63 x. Foi concluído que a resina convencional, quando polimerizada, no primeiro ciclo pelo método convencional e, no segundo, através da energia de microondas, apresentou adaptação semelhante à do método convencional de reembasamento. Em relação à porosidade foi verificado que tanto após o primeiro como o segundo ciclo de polimerização, a resina convencional apresentou maior número de poros.

Recentemente (1996), KIMPARA & MUENCH¹⁷ estudaram a influência do tempo decorrido entre prensagem e polimerização e a fase da resina na prensagem, empregando várias espessuras de material. Corpos de prova com base de 2,0 x 2,0 cm e espessuras de 0,5, 1,0 e 2,0 cm e um cubo com aresta de 3,0 cm foram confeccionados com resina clássica termopolimerizável incolor, através do ciclo curto de 3 horas, sendo que a resina foi condensada nas fases pegajosa, plástica e borrachóide, e a polimerização ocorreu imediatamente após a prensagem e com a espera de 24 horas. Os resultados permitiram concluir que: um maior tempo de espera entre a prensagem e a polimerização diminui a porosidade; a fase borrachóide tende a diminuir a porosidade; na polimerização imediata, conseguiu-se isenção de poros em até 1,0 cm de espessura e, após 24 horas, em até 2,0 cm.

Proposição

5. Proposição

É propósito deste trabalho verificar a efetividade de polimerização da resina acrílica dental polimerizada através da energia de microondas quando em contato com metal através dos seguintes testes:

- Dureza.
- Porosidade interna e externa.
- Liberação de monômero residual.

Materiais e Método

6. Materiais e Método

Para a realização deste trabalho, as resinas utilizadas e os respectivos fabricantes estão indicados na tabela I (fig 1).

Tabela I- Resinas acrílicas utilizadas no estudo.

Polímero	Monômero	Método de polimerização	Fabricante
Clássico (Cl.)	Clássico	Banho de água aquecida (A)	Artigos Odontológicos Clássico Ltda
Acron M-C (A.)	Acron	Energia de microondas(Mc)	G.C. Dental Ind. Corp.
Clássico (Cl.)	Clássico	Energia de microondas (Mc)	Artigos Odontológicos Clássico Ltda



Fig.1: Resinas acrílicas e muflas utilizadas no estudo

6.1. Preparo da amostra

6.1.1. Obtenção das matrizes

Para a confecção dos corpos de prova, necessários à realização dos ensaios propostos utilizamos matrizes cilíndricas de cera utilidade com as seguintes dimensões : $30,0 \pm 0,05$ mm de diâmetro e $4,0 \pm 0,05$ mm de espessura .

Foram confeccionadas 36 matrizes, divididas,aleatoriamente,em três grupos de 12 elementos incluídos em gesso pedra tipo III,obtendo-se moldes, que receberam diferentes processamentos e resinas, tendo no interior de todos uma grade metálica com as seguintes dimensões: 28,0 mm x 8,0 mm x 0,5 mm. (fig. 2)

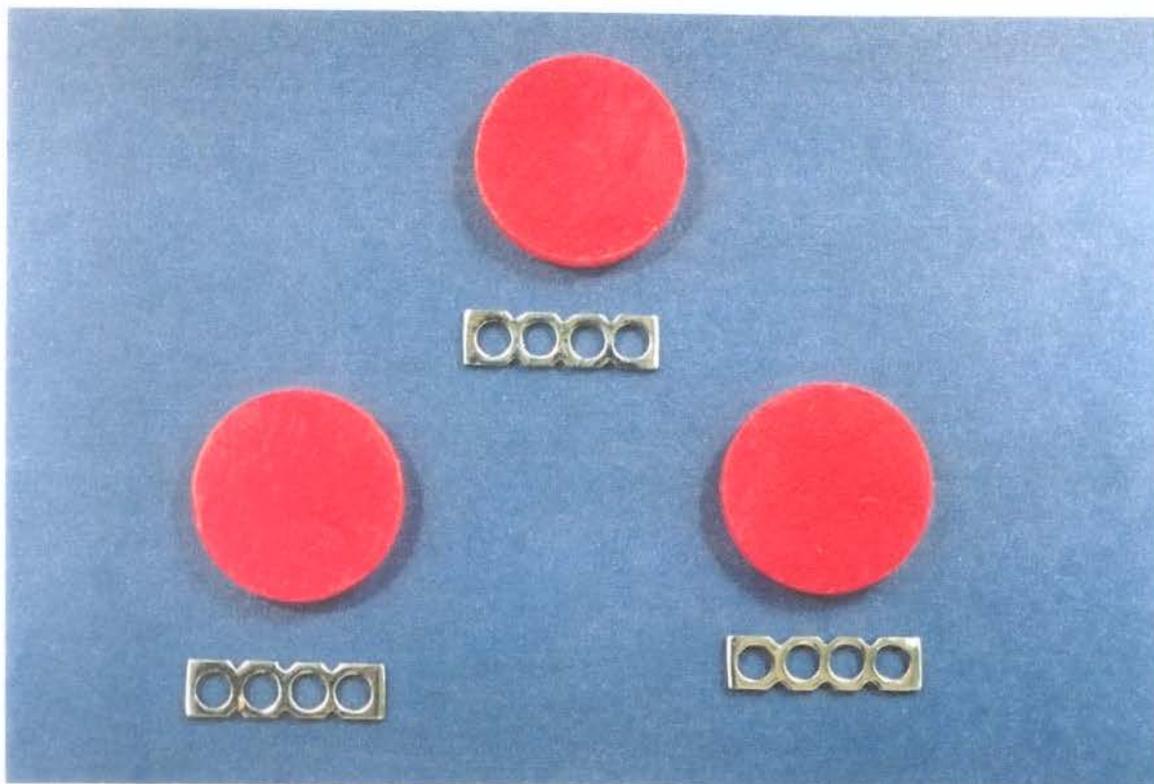


Fig.2 : Matrizes de cera e grades metálicas utilizadas no estudo.

6.1.2. Inclusão das matrizes em cera

As matrizes de cera foram incluídas na parte inferior da mufla em gesso pedra tipo III proporcionado conforme as instruções do fabricante (100 g de pó / 30 ml de líquido). Após a presa do gesso o mesmo foi isolado com vaselina sólida aplicada com um pincel macio, e a parte superior da mufla foi preenchida também com gesso pedra. Após a presa do mesmo, a mufla foi aberta. Para as muflas nas quais foram processadas as amostras com resina convencional, a cera foi eliminada através do aquecimento das mesmas em água quente; já para as muflas de fibra, a cera foi eliminada com aquecimento em forno de microondas por 1 min, a aproximadamente 500 W. Para a limpeza final, foram utilizadas escova macia, água quente e detergente neutro, obtendo-se, dessa forma, o molde para a confecção dos corpos de prova.

6.1.3. Preenchimento dos moldes

Um total de 36 corpos de prova foram confeccionados e divididos, aleatoriamente, em 3 grupos que receberam diferentes resinas e processamentos:

- **Grupo 1 (G 1):** prensagem da resina termopolimerizável convencional Clássico, polimerizada em banho de água aquecida (ciclo curto);
- **Grupo 2 (G 2):** prensagem da resina Acron Mc para a polimerização com energia de microondas;
- **Grupo 3 (G 3):** prensagem de resina termopolimerizável convencional Clássico, polimerizada com energia de microondas;

As duas partes de gesso foram revestidas com uma fina camada de isolante para resina (Cel-lac S.S.WHITE). As resinas foram preparadas conforme as instruções do fabricante (resina Acron 30cc/9ml e resina clássico 21cc/7ml) e na fase plástica foram inseridas nos moldes, que continham as grades metálicas em seu interior, à semelhança das próteses parciais removíveis, fazendo com que as grades metálicas ficassem inclusas no interior da massa, totalmente em contato com a base do molde e coladas com uma gota de cola super bonder em cada extremidade para evitar a movimentação das mesmas durante a prensagem (fig. 3). As muflas foram fechadas e comprimidas lentamente, em prensa de bancada, até que ambas as partes se encostassem e mantidas sob compressão na prensa à

temperatura ambiente, por 10 minutos, após os quais foram transferidas para a prensa de mola e colocadas na polimerizadora TERMOTRON, à temperatura de 65° C. As muflas de fibra foram parafusadas e levadas, uma a uma, para o forno de microondas.



Fig. 3: Molde em gesso pedra mostrando diferentes etapas do preparo das amostras

6.1.4. Procedimento de polimerização

As amostras do grupo 1 foram polimerizadas em banho de água, ciclo curto de 3 horas, sendo os primeiros 90 min a 65° C, elevando a temperatura para 100° durante 30 min permanecendo os 60 min finais a 100° C, técnica modificada de Tuckfield (PHILLIPS³⁷, 1993); enquanto as amostras dos grupos 2 e 3 foram polimerizadas em forno de microondas em potência de aproximadamente 500 W durante 03 minutos, colocando-se a mufla na posição horizontal, sendo 1 e 1/2 minuto para cada lado da mesma, conforme as instruções do fabricante. Terminado o ciclo de polimerização, as muflas foram submetidas a um resfriamento rápido: 30 minutos sobre a bancada de trabalho e, posteriormente, colocadas sob água corrente por mais 30 minutos.

6.1.5. Acabamento e Polimento dos corpos de prova

Os corpos de prova foram submetidos ao acabamento com lixas d' água de granulação decrescente, 320, 400, 600 e 1200 em politriz APL-4 (AROTEC) com dispositivo para polimentos múltiplos; polidos com pastas de diamante com granulação de 1μ (AROTEC) (fig.4); limpos em ultra-som por 2 min. Posteriormente, os corpos de prova foram cortados em duas partes aproximadamente, iguais utilizando-se uma cortadeira metalográfica ISOMETTM (fig.5), sendo que uma parte da amostra foi submetida à avaliação de monômero residual , enquanto a outra foi submetida aos testes de dureza e porosidade.

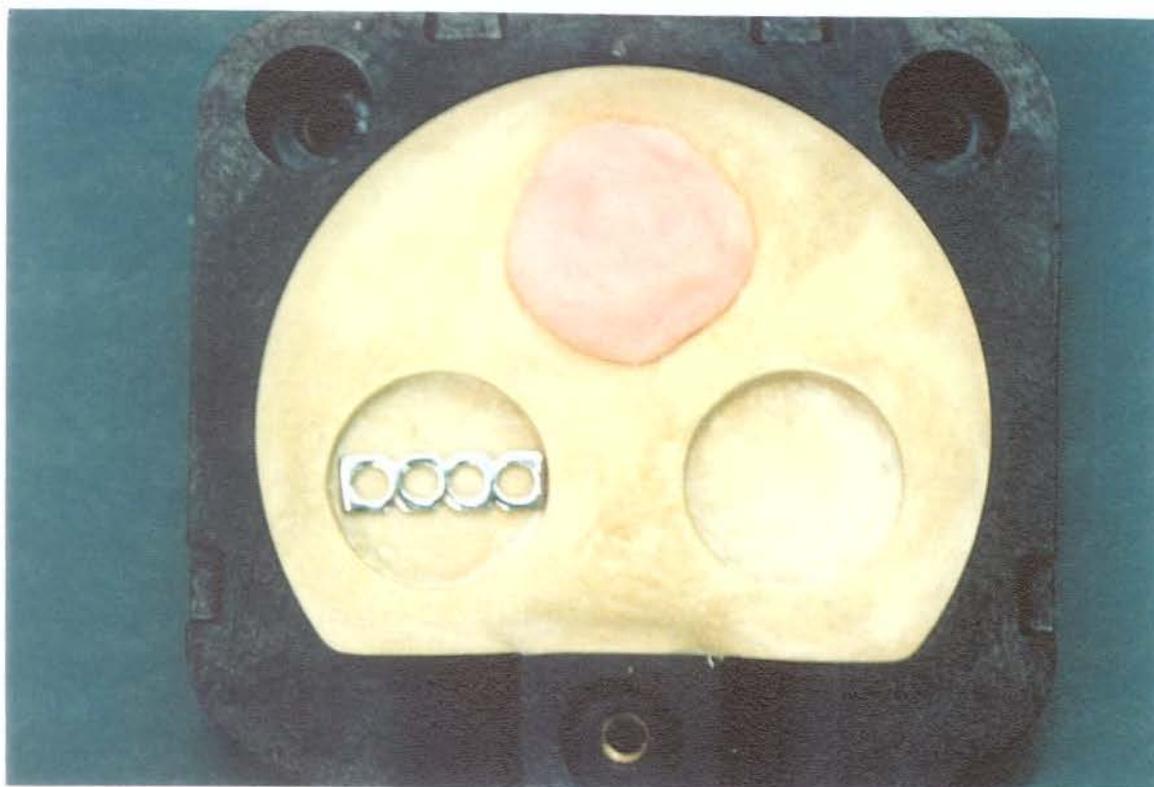


Fig. 4: Politriz APL-4 com dispositivo para polimentos múltiplos

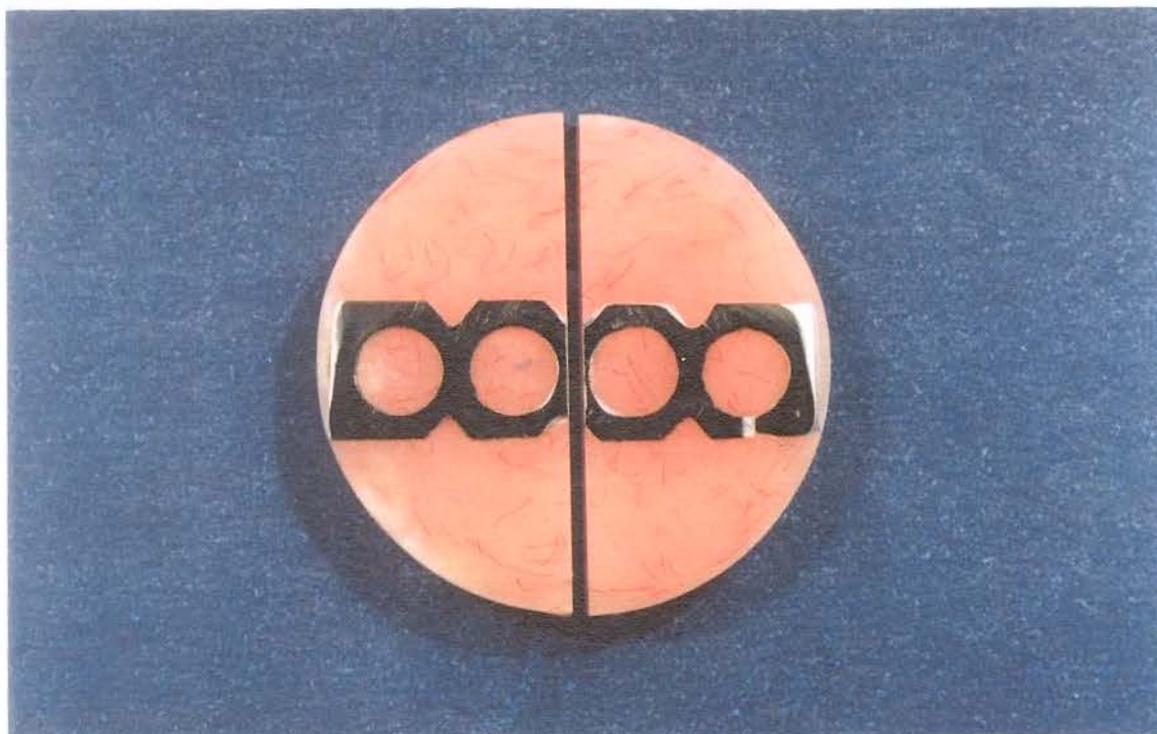


Fig. 5: Corpo de prova cortado em partes aproximadamente iguais.

6.2. Avaliação da dureza das amostras

A dureza KNOOP das amostras foi avaliada utilizando-se o microdurômetro Shimadzu modelo 2000, sendo realizadas 5 penetrações com carga de 25g por 10^{''} para cada lado da grade metálica, nas distâncias de 50, 100, 200, 400 e 800 μ m. A primeira marca foi realizada a 50 μ m da borda externa da grade. (fig. 6).

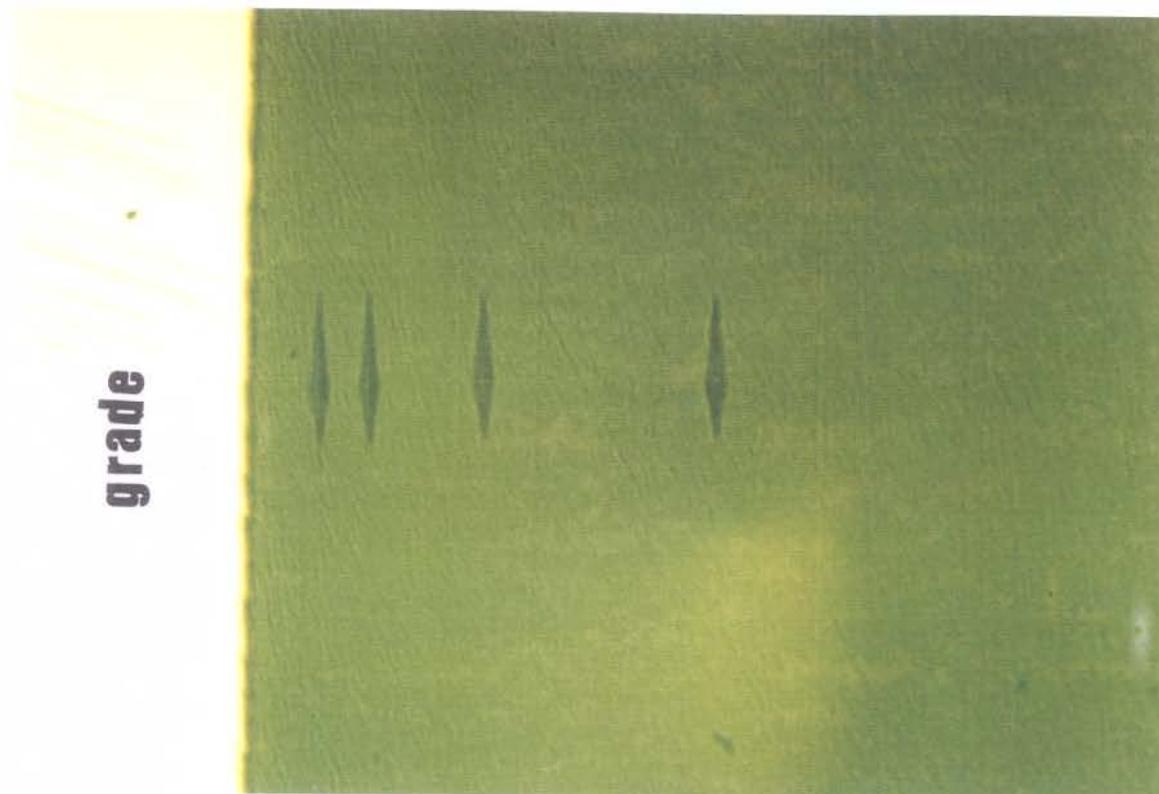


Fig.6: Fotografia das impressões feitas no corpo de prova.

6.3. Avaliação da porosidade

Foram avaliadas a porosidade interna e externa das amostras de duas maneiras: a olho nu e com o uso de microscópio Shimadzu modelo 2000 com aumento de 100 x.

6.3.1. Avaliação da porosidade através do microscópio (100 x):

As superfícies interna e externa da amostra foram avaliadas percorrendo-se toda a extensão de 6 mm x 4 mm (24mm²) (fig. 7). Com a finalidade de facilitar a descrição da porosidade, optou-se pela atribuição de escores como segue:

nº de poros < 30 = Leve (L) ;

nº de poros [30- 70]= Moderado (M) ;

nº de poros > 70 = Pesado (P) ;

6.3.2. Avaliação da porosidade a olho nu

Foram avaliadas as superfícies interna e externa da amostra em toda a sua extensão (fig.7)

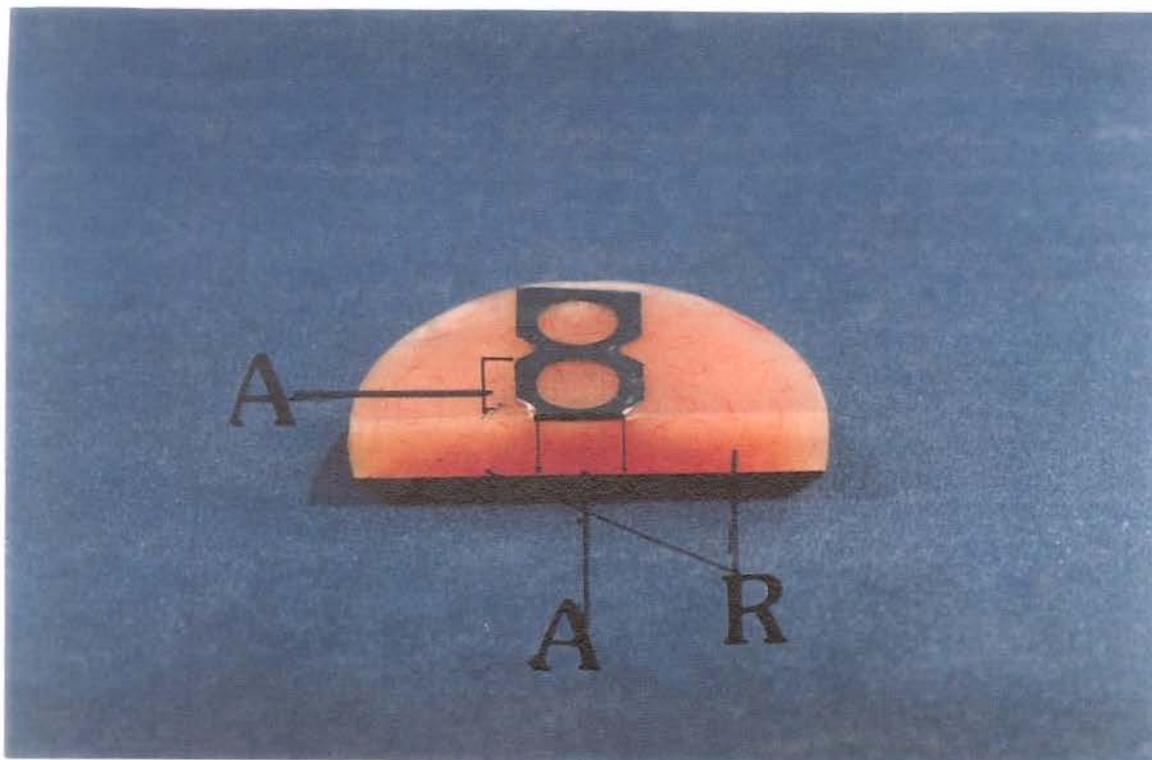


Fig.7: Áreas das superfícies externa e interna onde a porosidade foi avaliada

$A = 24\text{mm}^2$ avaliados no microdurômetro

$A_t =$ área total da face interna

$R = A_t - A$

6.4. Avaliação da liberação de monômero residual:

As metades restantes dos corpos de prova foram colocadas individualmente em frascos contendo 6,5 ml de água deionizada e mantidas na estufa a $37 \pm 2^\circ \text{C}$ por 24 horas. Transcorrido este período, as soluções aquosas foram retiradas para análise da presença do monômero, através de espectrofotometria, utilizando-se o espectrofotômetro Beckman DU- 65. Os corpos de prova foram lavados exaustivamente com água deionizada, secados em papel absorvente e colocados, novamente em frascos contendo 6,5 ml de água deionizada, sendo mantidos na estufa a $37 \pm 2^\circ \text{C}$ por mais 24 horas. Este processo foi repetido diariamente até completarem-se 188 horas, quando ocorreu a estabilização da liberação do monômero residual (DEL BEL CURY¹⁰, 1992). Após a leitura, a solução aquosa de monômero foi desprezada.

6.4.1. Espectro de absorção

De cada líquido (monômero), foram preparadas soluções a $10,0 \times 10^{-4} \%$ e analisado o espectro de absorção na faixa de 400 e 190 nm. A figura 8 mostra que os líquidos apresentaram um pico de absorção na faixa de 210 nm, sendo este o comprimento de onda escolhido para quantificar o monômero, estando de acordo com LAMB²² et al, 1982. Para essas análises foi utilizado o espectrofotômetro BECKMAN DU-70.

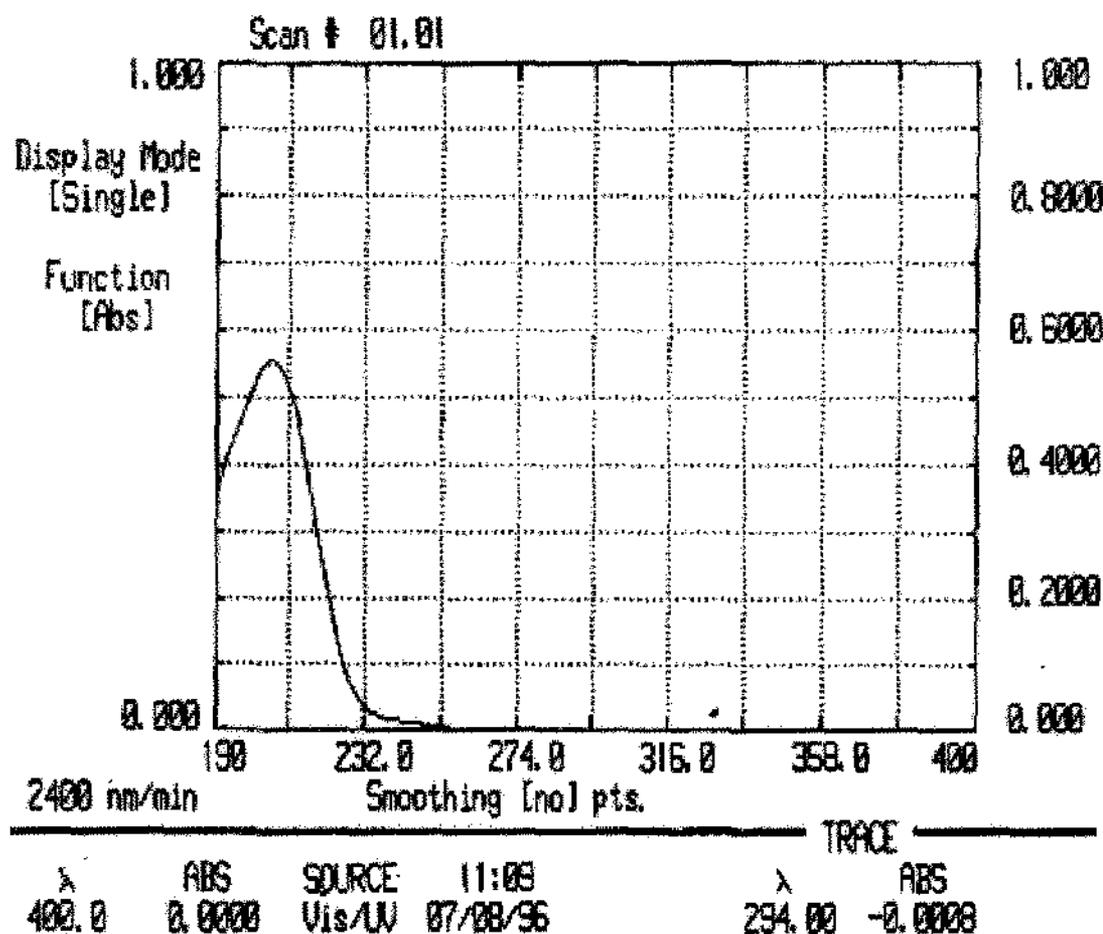


Fig. 8: Comprimento de onda (nm), Espectro de absorção do monômero.

6.4.2. Curva de calibração

Para verificar a exatidão da determinação foram preparadas soluções a 1% v/v em água deionizada a partir dos monômeros estudados. Desta solução foram feitas diluições obtendo-se padrões de concentrações a $5,0 \times 10^{-4}$; $10,0 \times 10^{-4}$; $15,0 \times 10^{-4}$; $20,0 \times 10^{-4}$ %. A figura 9 mostra a linearidade obtida, estando de acordo com LAMB et al²², 1982. Também para esta determinação, foi usado o espectrofotômetro marca BECKMAN modelo DU-70.

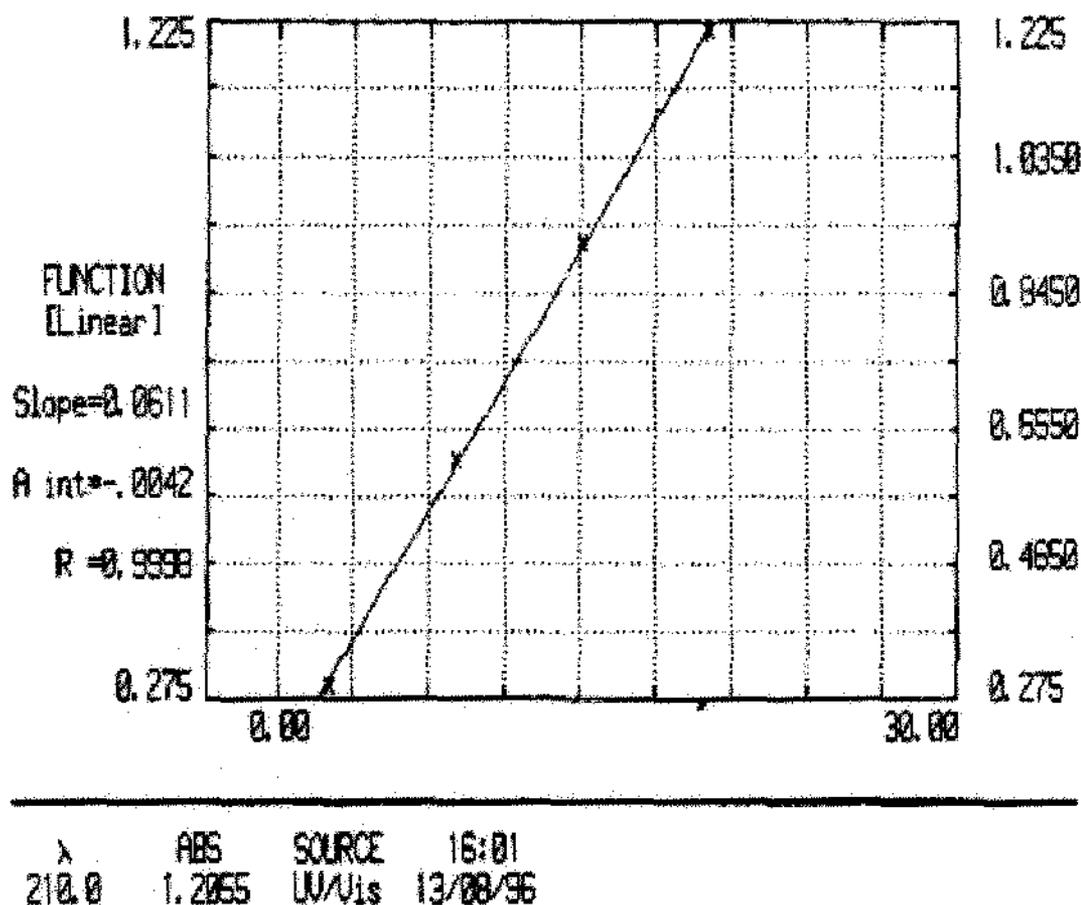


Fig.9: Concentração de monômero ($\% \times 10^{-4}$), Curva de calibração do monômero

6.4.3. Determinação do monômero

A porcentagem de monômero liberado na água pelos corpos de prova foi determinada a cada 24 horas, utilizando-se, para isso curvas de calibração que foram preparadas 24 horas antes, a partir da solução a 1% v/v e mantidas na estufa nas mesmas condições das amostras. As dosagens foram feitas a 210 nm utilizando-se espectrofotômetro marca BECKMAN modelo DU-65. O cálculo foi feito utilizando o programa QUATRO-PRÓ:

$$C = \text{constante} + \text{coeficiente de (x)} \times \text{Absorbância}$$

C = concentração de monômero da solução

6.5. **Análise Estatística**

Para os testes de dosagem de monômero e microdureza os dados foram avaliados através da análise de variância, e as médias foram comparadas através do teste de Tukey, ao nível de 5 % de significância. Com relação ao número dos poros, não foi possível apresentar análise estatística em virtude das características das medidas obtidas.

Resultados

7. Resultados

7.1. Dureza

Os resultados obtidos com as medidas de microdureza estão apresentados na tabela II.

Tabela II - Médias e desvios padrões das medidas de dureza Knoop obtidas a diferentes distâncias da grade metálica.

	Grupo 1 (Cl. A)	Grupo 2 (A. Mc)	Grupo 3 (Cl. Mc)
50 μm	16,45 \pm 0,21 b	17,46 \pm 0,20 a	17,14 \pm 0,23 a b
100 μm	16,78 \pm 0,17 b	18,03 \pm 0,21 a	17,21 \pm 0,23 b
200 μm	17,05 \pm 0,19 b	18,20 \pm 0,19 a	17,56 \pm 0,26 a b
400 μm	17,06 \pm 0,16 b	18,25 \pm 0,18 a	17,58 \pm 0,24 a b
800 μm	16,75 \pm 0,14 b	18,14 \pm 0,21 a	17,55 \pm 0,21 a

médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de 5% de significância em linha

Os resultados observados na tabela acima e fig. 10, indicam que a média da dureza obtida com a resina clássico em banho d'água (G1) diferiu significativamente, da resina Acron polimerizada em microondas (G2), em todas as distâncias, enquanto a resina clássico polimerizada através da energia de microondas (G3) apresentou diferença estatística significativa ao Grupo2 (A.Mc) na distância de 100 μm e apresentou diferença estatística significativa ao Grupo1 (Cl. A), na distância de 800 μm , não apresentando diferença com significância estatística de ambos os grupos, nas demais distâncias.

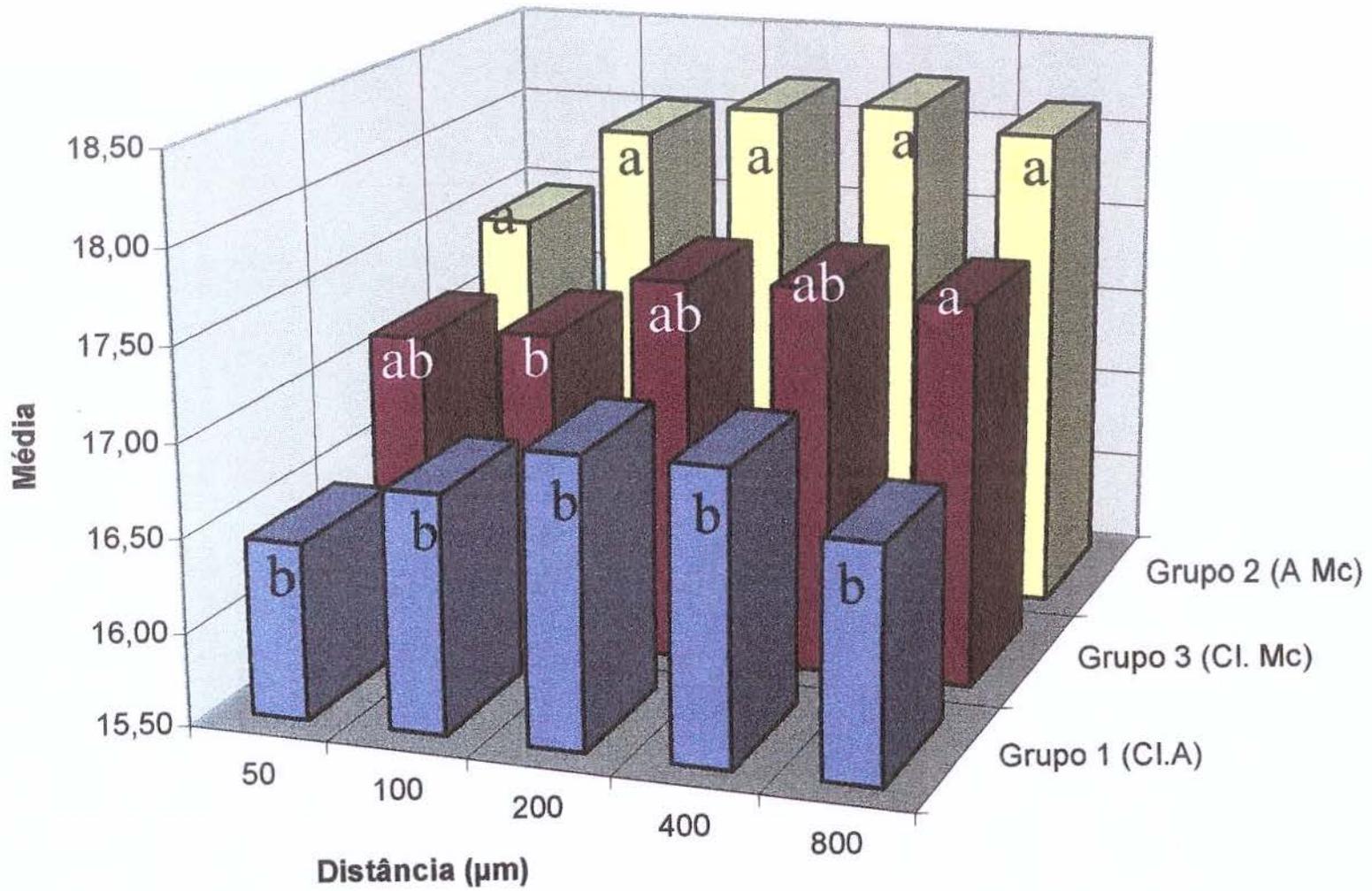


Fig. 10: Médias das medidas das durezas Knoop obtidas em diferentes distâncias da grade

7.2. Porosidade

Na avaliação feita através do microscópio (100 x), foram detectados dois tamanhos diferentes de poros. Os poros pequenos foram detectados tanto na superfície interna como na superfície externa, já os poros grandes somente foram detectados na superfície interna das amostras.

Na avaliação feita a olho nu, os poros foram contados por toda a superfície da amostra. As tabelas III e IV apresentam os resultados relativos ao número de poros

Tabela III -Frequência por amostra do número de poros pequenos, contados através do microscópio com aumento de 100 x.

	Parte interna			Parte externa		
	Grupo 1 (Cl. A)	Grupo 2 (A. Mc)	Grupo 3 (Cl. Mc)	Grupo 1 (Cl. A)	Grupo 2 (A. Mc)	Grupo 3 (Cl. Mc)
L	4	3	2	4	5	5
M	6	7	7	6	6	3
P	2	2	3	2	1	4

L = Leve, M = Moderado, P = Pesado

A figura 11 ilustra os dados da tabela III

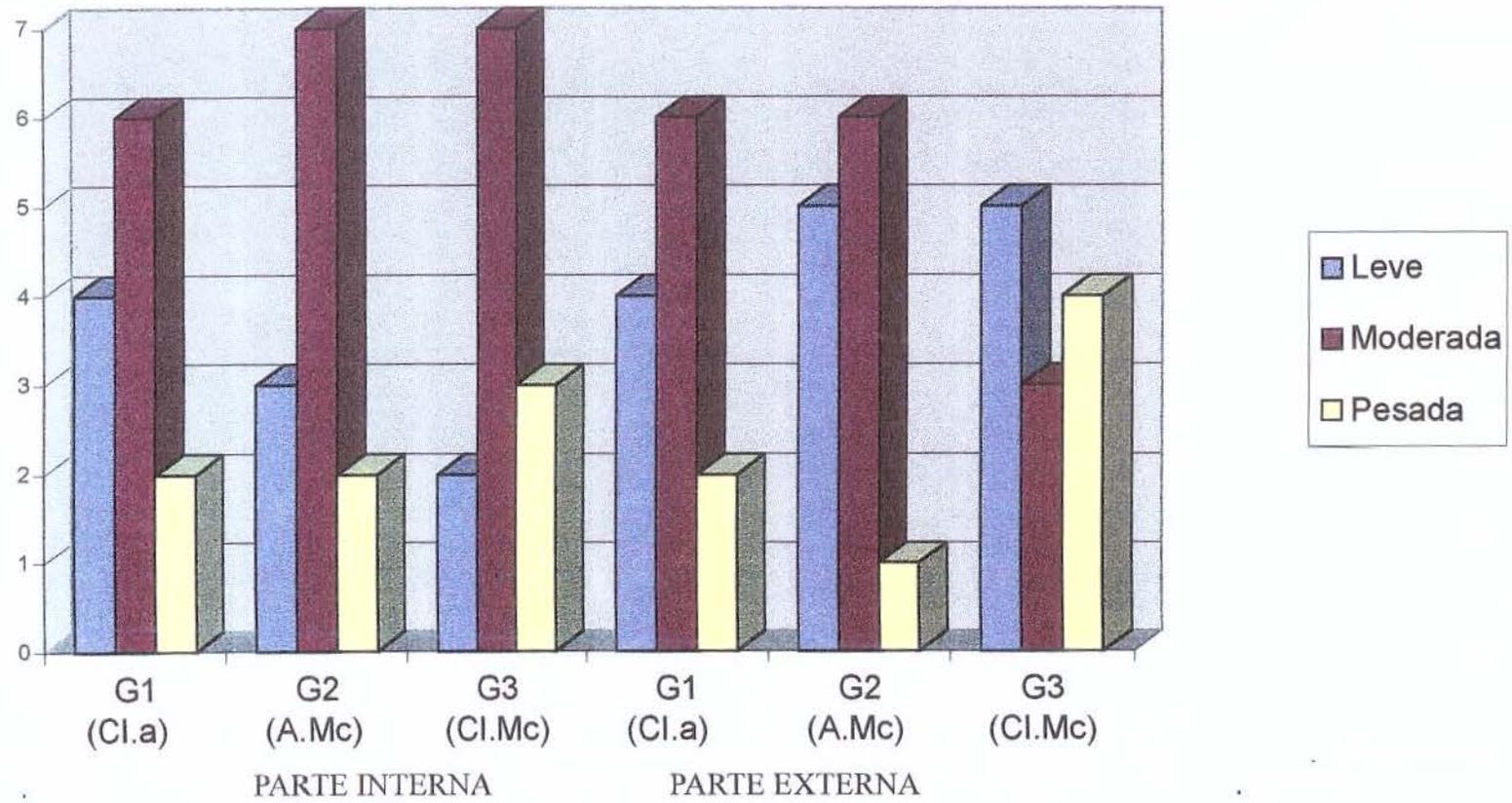


Fig. 11: Frequência do número de poros pequenos por amostra contados através do microscópio(100x)

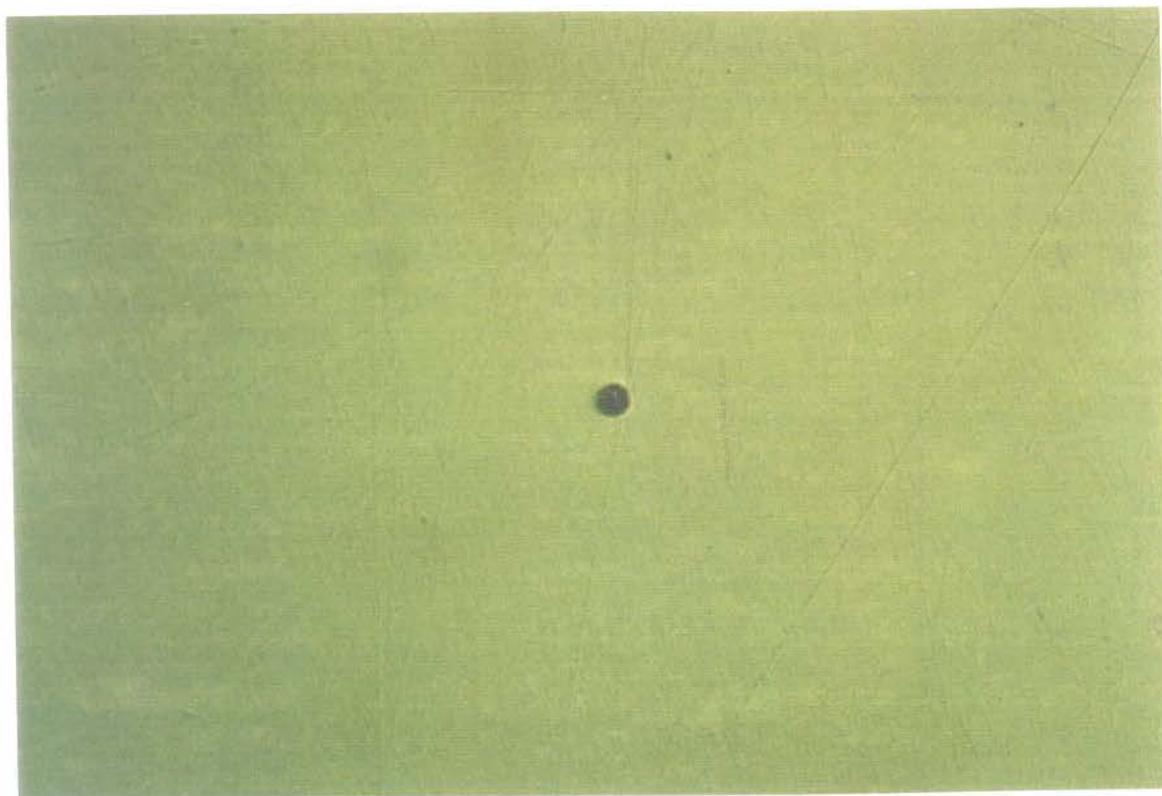


Fig.12: Fotografia de uma amostra com escore leve (100 x)



Fig.13: Fotografia de uma amostra com escore moderado (100 x)



Fig.14: Fotografia de uma amostra com escore pesado (100 x).

Tabela IV - Médias do número de poros visíveis a olho nu na superfície do corte da amostra por tratamento.

Tratamentos	Grupo 1 (Cl. A)	Grupo 2 (A. Mc)	Grupo 3 (Cl. Mc)
Área no microscópio (A)	0	2,92 ± 1,18	4,00 ± 2,33
Área Total (At)	0,83 ± 0,32	3,58 ± 1,76	14,42 ± 3,94
R = At - A	0,83 ± 0,32	0,67 ± 0,30	10,42 ± 2,53

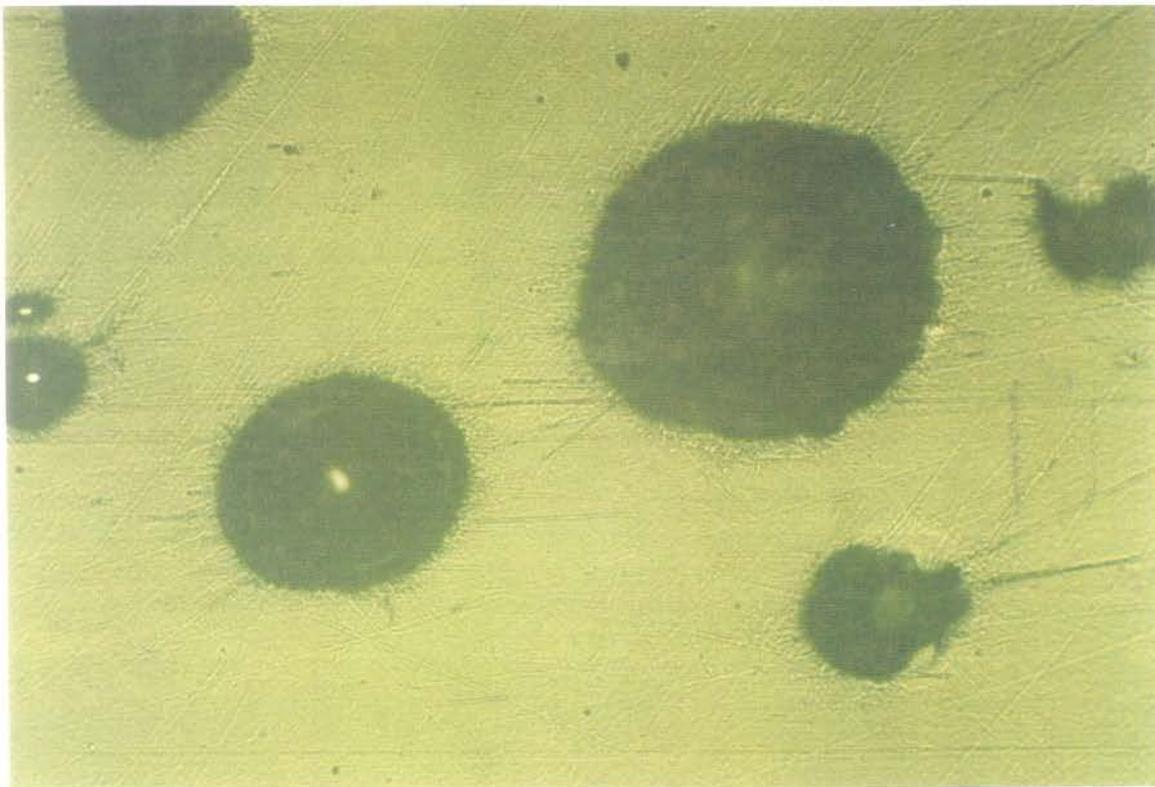


Fig. 15: Fotografia de uma amostra que apresentava poros grandes (100 x).

7.3. Dosagem de monômero residual

Na tabela V está demonstrada a média dos valores das concentrações dos monômeros residuais dos grupos de amostras processados através dos diferentes métodos e resinas dosados a cada 24 horas.

Tabela V Médias e desvios padrões das medidas do conteúdo de monômero residual (% x 10^{-4}) segundo o tratamento e o tempo avaliado.

	Grupo 1 (CL. A)	Grupo 2 (A. Mc)	Grupo 3 (Cl. Mc)
24 h	178,84 ± 17,88 a	59,51 ± 11,09 b	116,54 ± 12,03 c
48 h	119,43 ± 11,28 a	39,60 ± 4,86 b	77,43 ± 5,03 c
72 h	85,28 ± 10,06 a	22,85 ± 4,51 b	50,18 ± 5,20 c
96 h	75,94 ± 7,53 a	24,75 ± 4,19 b	54,43 ± 4,60 c
120 h	75,83 ± 5,60 a	20,52 ± 2,79 b	59,19 ± 4,14 c
144 h	71,83 ± 4,46 a	20,61 ± 2,62 b	56,64 ± 3,59 c
168 h	72,45 ± 6,72 a	19,31 ± 2,77 b	68,86 ± 6,51 a
192 h	67,48 ± 4,69 a	18,63 ± 1,96 b	60,35 ± 3,92 a
216 h	43,88 ± 3,80 a	11,10 ± 1,76 b	33,83 ± 3,03 a
240 h	54,83 ± 2,96 a	10,27 ± 1,69 b	79,03 ± 21,47 a
264 h	36,64 ± 4,49 a	16,03 ± 2,01 b	35,37 ± 2,96 a
288 h	44,28 ± 2,16 a	6,79 ± 1,34 b	40,13 ± 2,75 a

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

A maior média de dosagem de monômero residual foi obtida com a resina clássico em água que diferiu, significativamente da resina Acron em microondas e da clássico em microondas, e essas duas últimas diferiram entre si ($p < 0,05$), com resultados semelhantes até o tempo de 144 horas. Nos demais tempos as resinas clássico no microondas e na água não diferiram entre si, mas ambas diferiram da Acron ($p < 0,05$).

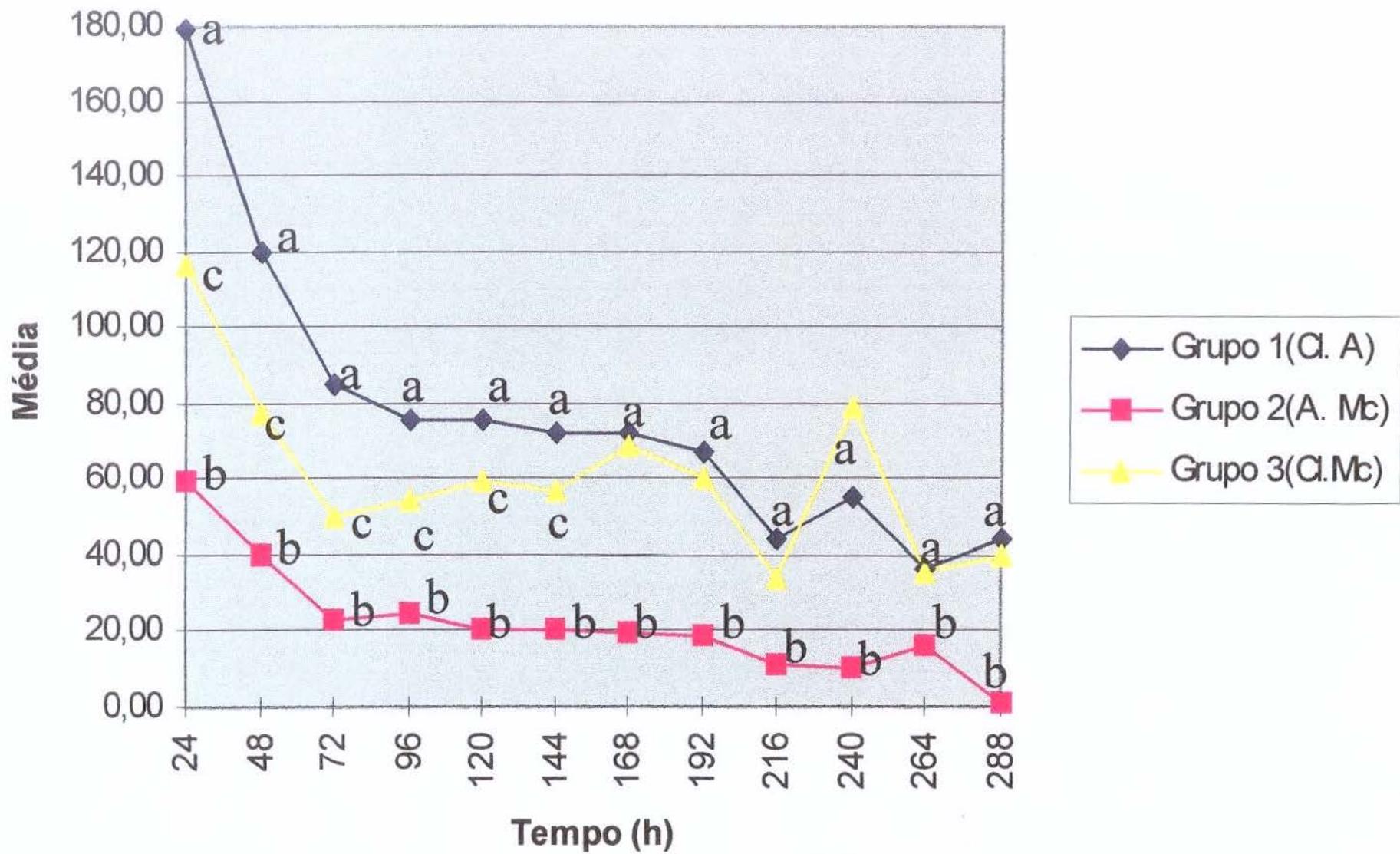


Fig. 16: Médias das dosagens de monômero residual em função do tempo de armazenagem em água

**Discussão dos
Resultados**

8. Discussão dos Resultados

Na tentativa de simplificar e tornar mais rápida a técnica de processamento da resina acrílica, foi introduzida a irradiação por microondas como forma de ativação física da reação de polimerização. Sabendo-se que, na presença de metal, as microondas são refletidas, pois o metal é um material intransponível para as mesmas (AL DOORI et al.⁰¹, 1988, NISHII²⁶, 1968, REITZ et al.²⁷, 1985) e que, em uma prótese parcial removível, a base de resina acrílica envolve uma grade metálica, pode-se questionar a efetividade da polimerização da resina em contato com o metal.

Com o intuito de verificar o grau de polimerização da resina acrílica próxima ao metal foram avaliadas a dureza superficial Knoop, a presença de poros e a dosagem de monômero residual.

A dureza de um material não é uma propriedade, mas é o resultado da interação de numerosas propriedades, tais como resistência, limite de proporcionalidade, ductibilidade, maleabilidade, resistência ao corte e à abrasão, sendo desta forma, um teste utilizado como um indicador dessas outras propriedades (PHILLIPS³⁶, 1993). Segundo CRAIG⁰⁷, 1980, a dureza superficial da resina acrílica pode ser relacionada com a resistência à abrasão do material, sendo que, quanto menor o número da dureza, mais facilmente a resina pode ser riscada, comprometendo a sua qualidade.

Os resultados obtidos com as medidas de dureza Knoop sugerem que o metal não interfere com a polimerização da resina acrílica, quando processada através da energia de microondas, pois foi observado que a resina do grupo 2 (A.Mc) apresentou os melhores resultados diferindo, significativamente, da do grupo 1 (Cl. A), como mostra a tabela II, estando de acordo com os resultados obtidos na pesquisa de ALKATIB et al⁰², 1990. Os grupos 1 (Cl. A) e 3 (Cl. Mc) da tabela II, não apresentaram valores de dureza com diferença estatística significativa, resultado coerente com os encontrados por NISHII²⁶, 1968, REITZ et al²⁷, 1985, TRUONG & THOMASZ⁴³, 1988, ILBAY et al¹⁴, 1994. Esses resultados talvez possam ser explicados devido a mais completa polimerização conferida às resinas acrílicas, quando processadas através da energia de microondas como pode ser verificado na tabela V, combinada com a diferente composição da resina desenvolvida para a polimerização através da energia de microondas, que será discutida posteriormente.

Quanto à porosidade foram detectados poros pequenos nas superfícies externa e interna de todas as amostras, verificando-se, na tabela III, que os grupos 1(Cl. A) e 2 (Cl.

Mc) apresentaram uma tendência a apresentar maior repetição dos escores moderado e leve, enquanto o grupo 3 (Cl. Mc) apresentou a maior repetição do escore pesado, confirmando os resultados de REITZ et al²⁷, 1985, AL DOORI et al⁰¹, 1988, BAFILE et al⁰⁴, 1991, ILBAY et al¹⁴, 1994, RODRIGUES GARCIA²⁸, 1995.

Ainda na tabela IV, pode-se verificar a média do número de poros visíveis a olho nu, na superfície interna por amostra, e nota-se que as amostras do grupo 3 (Cl. Mc) apresentam em média maior número de poros que o dos grupos 1 (Cl. A) e 2 (A. Mc), estando de acordo com os resultados de REITZ et al²⁷, 1985, AL DOORI et al⁰¹, 1988, ALKATIB et al⁰², 1990, BAFILE et al⁰⁴, 1991, NOWLIN et al²⁵ 1991, ILBAY et al¹⁴, 1994, RODRIGUES GARCIA 1995²⁸, que detectaram uma maior quantidade de poros nas amostras de resina acrílica convencional polimerizadas através da energia de microondas.

A maior porosidade interna encontrada nas resinas convencionais polimerizadas através da energia de microondas talvez possa ser explicada pelo aumento excessivo da temperatura, principalmente no início do ciclo de polimerização (FARAJ & ELLIS¹¹, 1979), pois o ponto de ebulição do monômero é de 100,8° C e, se a temperatura excede o mesmo, o monômero entra em ebulição evaporando, produzindo poros (DE CLERCK⁰⁹, 1987). Entretanto, a resina desenvolvida para a polimerização em microondas apresenta menor quantidade de poros, fato este que pode ocorrer pela presença de trietileno ou tetraethilenoglicol na composição do monômero, os quais são dimetacrilatos que contêm um grupo reativo em cada extremidade e possuem baixa pressão de vapor em altas temperaturas que variam entre 100 e 150° C (COMBE⁰⁶, 1986), o que permite o seu processamento em temperaturas elevadas sem que ocorra porosidade (BAFILE et al⁰⁴, 1991)

Os resultados sugerem que a grade metálica não é um dos fatores que poderia aumentar a porosidade das resinas acrílicas quando submetidas a polimerização através da energia de microondas, estando de acordo com os achados de KIMURA et al¹⁸, 1983; DE CLERCK⁰⁹, 1987 e SHLOSBERG et al³⁴, 1989, muito embora tenham-se apresentado duas amostras em cada um dos Grupos 2 (A. Mc) e 3 (Cl. Mc) que apresentaram porosidades excessivas próximas ao metal. Esses casos isolados de porosidade não tem uma origem clara, sendo importante lembrar que a origem dos poros pode também estar relacionada com outras variáveis de processamento como: contração de polimerização, inclusão de gases e homogeneidade inadequada da massa, pois a formação de poros na resina acrílica é um fenômeno complexo com origem multifatorial (WOLFAARDT et al⁴⁴, 1986). Segundo

ROHRER & BULARD²⁹, 1985, geralmente as ondas eletromagnéticas são refletidas pelo metal e este não se aquece, não podendo, dessa maneira, contribuir para o aumento da temperatura e conseqüente produção de poros, mas se uma concentração maior de ondas eletromagnéticas atingissem o metal, penetrariam 1µm em sua superfície, causando um deslocamento de elétrons em sua superfície, e se essa corrente elétrica, for intensa, pode ocorrer uma descarga elétrica originando um aquecimento também intenso.

Ainda segundo vários autores (REITZ et al²⁷, 1985, TRUONG THOMAS⁴³, 1988, AL DOORI et al⁰¹, 1988, TAUBERT & NOWLIN⁴², 1992, ILBAY et al¹⁴, 1994), a porosidade encontrada nas resinas acrílicas convencionais polimerizadas através da energia de microondas poderia ser reduzida, se o tempo de processamento fosse aumentado e a potência diminuída. Outra maneira de se minimizar a porosidade das resina acrílicas convencionais seria aumentar o tempo decorrido entre a prensagem da resina no molde e o início do ciclo de polimerização (TAUBERT & NOWLIN⁴² 1992) esse aumento permite que haja uma maior difusão do monômero para o interior das partículas de polímero, reduzindo aglomerados de monômero que, por contração de polimerização, provocariam porosidades (KIMPARA & MUENCH¹⁷, 1996).

Através da dosagem de monômero residual, pode-se avaliar o grau de conversão do monômero em polímero e, conseqüentemente, a efetividade da polimerização da resina acrílica

Os resultados obtidos sugerem que a grade metálica presente no interior da massa de resina acrílica, quando processada através da energia de microondas não interfere na conversão de monômero em polímero, uma vez que as menores quantidades de monômero foram detectadas nas amostras dos Grupos 2 (A. Mc) e 3 (Cl. Mc), processadas através da energia de microondas, conforme a tabela V, estando de acordo com KODA et al¹⁹, 1989, DE CLERCK⁰⁹, 1987, DEL BEL CURY¹⁰, 1992, TRUONG & THOMAS⁴³, 1988, YUNUS et al⁴⁵, 1994, SADAMORI et al³², 1994. Este fato pode ser explicado devido ao tipo de aquecimento da resina, que ocorre devido à polarização das moléculas de monômero, as quais entram em frequência com as ondas eletromagnéticas e são movimentadas no interior da massa de forma não passiva. À medida que vai ocorrendo a polimerização vai reduzindo a quantidade de monômero e portanto a mesma quantidade de energia vai sendo absorvida por uma quantidade menor de monômero fazendo a molécula aumentar a sua atividade

atingindo uma mais completa polimerização (DE CLERCK⁰⁹, 1987).

Nos grupos 2 (A. Mc) e 3 (Cl. Mc) da Tabela V as amostras foram submetidas ao mesmo método de polimerização tendo o grupo 2 (A. Mc) apresentado menor quantidade de monômero residual, o que está de acordo com os resultados de HARRISON & HUGGET¹³, 1992, que obtiveram variações na quantidade de monômero detectado em 23 marcas de resinas diferentes quando submetidas ao mesmo ciclo de polimerização. Isso sugere que este resultado esteja relacionado com a composição da resina acrílica pois, embora o fabricante não revele a fórmula da resina desenvolvida para a polimerização em microondas, sabe-se que o monômero utilizado é composto de uma mistura de metil e etil metacrilato (SANDERS et al³³, 1987).

Pode-se verificar, na tabela V, que há uma maior liberação de monômero para a água, nos primeiros dias e que esta liberação tende a diminuir com o tempo, estando de acordo com os resultados de LAMB et al²², 1982, LAMB et al²¹, 1983, FLETCHER et al¹², 1983, SMITH³⁸, 1958, STAFFORD & BROOKS³⁵, 1985, KODA et al¹⁹, 1989, DEL BEL CURY¹⁰, 1992, TRUONG & THOMAS⁴³, 1988, YUNUS et al⁴⁵, 1994.

Este comportamento da eliminação de monômero foi explicado por LAMB et al²², 1982, pelo fato de que, após a polimerização, a concentração de monômero residual pode ser reduzida por dois mecanismos, difusão do monômero do interior da resina para a água e polimerização adicional, pois foram detectados radicais ativos imediatamente após a polimerização de metil metacrilato. Mas segundo SMITH & BAINS³⁸, 1956, pequenas moléculas de monômero residual não podem ser extraídas ou não estão acessíveis em polímeros bem polimerizados, assim, o total de metil metacrilato residual é a somatória do monômero difundido com o monômero não-acessível.

Ainda de acordo com RUYTER³⁰, 1980, o oxigênio é um importante inibidor da polimerização do metil metacrilato, sendo que a sua ação inibidora tem de ser somada à presença de hidroquinona (componente inibidor de polimerização adicionado à fórmula do monômero). No entanto, segundo LAMB et al²¹, 1983, o oxigênio age somente nas áreas superficiais, não atingindo o centro da massa de resina pela dificuldade de acesso.

Também pode-se observar na tabela V que, os grupos 1 (Cl. A) e 3 (Cl. Mc), que foram confeccionados com a mesma resina, a partir do 7º dia (168 h) de dosagem, não mais apresentaram diferença estatisticamente significativa, enquanto o grupo dois apresentou-se diferente durante todo o período de dosagem. Isso sugere que a composição da resina é um

fator que interfere na quantidade máxima de monômero residual que será alcançada (KODA et al¹⁹, 1989).

A presença de monômero residual nas bases de resina acrílica pode causar dois tipos de efeitos adversos: reações alérgicas devidas ao monômero residual liberado na saliva do paciente, conforme SMITH & BAINS³⁸, 1956, McCABE & BASKER²⁴, 1976, AUSTIN & BASKER⁰³, 1980, BAKER & BROOKS⁰⁵, 1988 e KODA et al²⁰, 1990, e alteração das propriedades mecânicas e físicas (dureza, resistência transversal e etc.) da resina SMITH & BAINS³⁸, 1956, JAGGER¹⁵, 1978 e JEROLIMOV et al¹⁶, 1985.

Os resultados de dureza Knoop obtidos se mostraram coerentes com os resultados de monômero residual, sendo que o Grupo 2 (A. Mc) apresentou os menores valores de monômero residual (tabela V) e os maiores valores de dureza Knoop (tabela II). O grupo 3 (Cl. Mc) apresentou valores de microdureza intermediários (tabela V), sendo semelhantes estatisticamente aos do grupo 2 (A, Mc) e aos do grupo 1 (Cl. A), resultado também coerente com as dosagens de monômero que, embora os três grupos tenham se apresentado diferentes estatisticamente o grupo 3 (Cl. Mc) também apresentou valores intermediários (tabela V). Os grupos 2 (A, Mc) e 1 (Cl. A) apresentaram entre si diferença estatisticamente significativa a nível de 5 % , sendo que o grupo 1 (Cl. A) apresentou os menores valores de dureza (tabela II) e os maiores valores de monômero residual (tabela V). Esses resultados estão de acordo com os de JAGGER¹⁵, 1978, que verificou haver correlação entre a dosagem de monômero residual e as propriedades físicas e mecânicas das resinas acrílicas e ser, a concentração de monômero residual o fator mais importante na investigação das propriedades de um material. Isso reforça a teoria de que a mais completa polimerização foi obtida com a utilização do método de polimerização através da energia de microondas combinado com a diferente composição das resinas acrílicas.

Pôde-se também confirmar, no decorrer do trabalho, que o método de polimerização através da energia de microondas, independente da resina utilizada, apresenta a vantagem de ser mais rápido, sem que se perca em qualidade do produto final (LEVIN et al²³, 1989).

Conclusão

9. Conclusão

Diante dos resultados obtidos neste estudo, podemos concluir:

- 1- A energia de microondas pode ser utilizada para a polimerização das resinas acrílicas contendo, em seu interior uma grade metálica com resultados adequados para dureza superficial e menores conteúdos de monômero residual.
- 2- O metal contido no interior da resina acrílica não contribuiu para o aumento da porosidade das resinas acrílicas.
- 3- A resina convencional quando polimerizada através da energia de microondas apresenta maior porosidade.

Apêndice

10. Apêndice

Resultados originais obtidos no teste de microdureza feito nos dois lados da amostra a diferentes distâncias da grade metálica, sendo que a primeira foi feita a 50 μ m

Tabela 1- Medidas da dureza superficial Knoop para o Grupo 1 (Cl. A)

Amostra	800 μ m	400 μ m	200 μ m	100 μ m	50 μ m	50 μ m	100 μ m	200 μ m	400 μ m	800 μ m
1	15,7	15,7	15,7	15,6	15,1	16,8	16,7	16,7	17,3	16,5
2	16,9	17,3	16,3	15,6	15,1	14,7	16,0	16,1	16,0	16,0
3	18,3	18,3	18,1	17,0	18,1	15,8	17,6	17,6	17,6	15,3
4	17,0	17,4	17,9	16,8	16,5	16,3	17,2	17,6	17,1	17,1
5	16,2	16,4	16,4	16,5	17,1	15,9	16,5	16,1	16,4	16,4
6	17,0	18,0	17,0	18,0	17,6	17,6	17,6	18,6	17,8	17,7
7	16,0	16,9	16,9	16,6	16,4	16,7	16,7	17,0	17,0	16,7
8	16,0	15,8	15,8	15,6	15,3	15,7	16,2	15,8	16,4	16,0
9	17,8	17,8	17,2	17,8	17,4	15,4	16,9	16,9	16,6	16,6
10	17,3	17,0	17,4	16,5	17,7	17,3	17,7	17,7	17,8	17,2
11	17,4	17,1	18,0	17,6	17,0	16,1	16,4	17,1	17,6	17,2
12	17,5	18,0	17,0	16,9	16,5	16,6	16,6	16,6	17,6	16,3

Tabela 2- Medidas da dureza superficial Knoop para o Grupo 2 (A. Mc).

Amostra	800 μ m	400 μ m	200 μ m	100 μ m	50 μ m	50 μ m	100 μ m	200 μ m	400 μ m	800 μ m
1	19,3	19,3	19,4	18,8	18,0	18,8	18,5	17,7	17,9	18,0
2	19,0	20,0	19,6	19,5	19,0	16,6	16,2	16,7	16,6	16,6
3	17,7	19,0	19,6	19,5	18,0	17,2	17,1	17,1	17,1	17,7
4	17,2	17,5	18,1	18,3	16,6	16,3	18,5	18,0	18,0	18,0
5	17,8	18,1	18,1	18,1	17,4	16,6	17,8	17,8	18,2	17,6
6	19,9	19,4	19,9	19,0	17,4	17,9	17,9	19,4	19,1	19,8
7	18,7	18,4	17,8	17,8	17,5	16,1	16,1	17,8	19,2	18,0
8	18,0	18,4	17,7	16,9	16,4	17,6	18,1	17,6	17,6	17,6
9	18,5	18,7	18,4	18,4	18,2	17,5	17,9	17,3	18,1	18,1
10	19,1	19,5	19,5	19,5	18,3	17,5	17,5	16,9	15,8	17,1
11	18,7	19,1	19,0	18,8	18,5	18,6	19,5	19,2	19,0	19,1
12	16,8	16,8	17,1	16,5	16,5	16,5	16,5	17,2	17,2	17,0

Tabela 3- Medidas da dureza superficial Knoop para o Grupo 3 (Cl. Mc).

Amostra	800 μ m	400 μ m	200 μ m	100 μ m	50 μ m	50 μ m	100 μ m	200 μ m	400 μ m	800 μ m
1	17,1	17,8	17,5	15,6	15,6	16,7	16,5	16,8	16,8	18,3
2	17,8	18,5	17,9	17,1	17,4	17,0	17,1	17,1	17,2	17,9
3	18,5	18,8	19,7	18,3	18,8	18,9	18,0	19,5	18,5	18,0
4	17,6	18,2	17,5	17,5	17,0	17,4	16,1	16,2	16,1	16,2
5	17,0	16,9	17,6	17,2	16,7	17,2	17,6	17,8	17,6	17,6
6	19,0	19,4	18,4	18,4	18,6	18,7	19,0	19,6	19,6	18,7
7	16,3	15,1	15,0	15,5	15,5	16,8	17,8	17,8	17,3	16,9
8	16,1	17,4	16,6	16,6	16,4	15,6	15,6	16,8	16,8	16,4
9	17,6	17,5	16,8	17,4	16,5	19,0	18,6	18,6	18,6	19,0
10	16,9	16,8	16,8	16,5	16,5	16,8	17,6	16,9	17,6	17,5
11	18,0	18,0	17,3	17,3	17,0	17,2	17,2	17,6	16,7	17,5
12	17,4	17,0	17,4	17,0	16,6	17,5	17,7	17,9	17,9	17,9

Resultados originais obtidos para a contagem de poros.

Tabela 4- Número de poros pequenos por amostra (área = 24mm², aumento 100 x) para o Grupo 1 (Cl. A).

Amostra	P. Interna	P externa
1	M	M
2	L	P
3	M	L
4	M	M
5	P	M
6	L	L
7	M	M
8	P	M
9	L	M
10	M	P
11	L	L
12	M	L

Tabela 5- Número de poros pequenos por amostra (área = 24mm², aumento 100 x) para o Grupo 2 (A. Cl).

Amostra	P. Interna	P externa
1	L	L
2	M	L
3	M	M
4	M	M
5	M	M
6	M	L
7	P	L
8	M	M
9	P	P
10	M	M
11	L	L
12	L	M

Tabela 6- Número de poros pequenos por amostra (área = 24mm², aumento 100 x) para o Grupo 3 (Cl. Mc).

Amostra	P. Interna	P externa
1	M	M
2	P	P
3	L	P
4	P	L
5	L	P
6	M	M
7	P	M
8	M	L
9	M	L
10	M	L
11	M	L
12	M	P

Tabela 7- Número de poros grandes contados na superfície interna da amostra (A = 24mm², R= ao restante da face e, At= Face interna) para o Grupo 1 (Cl. A).

Amostra	A	R	At
1	0	0	0
2	0	0	0
3	0	0	0
4	0	0	0
5	0	2	2
6	0	3	3
7	0	2	2
8	0	0	0
9	0	0	0
10	0	0	0
11	0	2	2
12	0	1	1

Tabela 8- Número de poros grandes contados na superfície interna da amostra ($A = 24\text{mm}^2$, $R =$ ao restante da face e, $At =$ Face interna) para o Grupo 2 (A. Mc).

Amostra	A	R	At
1	0	0	0
2	11	0	11
3	0	0	0
4	0	3	3
5	0	0	0
6	0	0	0
7	20	0	20
8	3	2	5
9	0	0	0
10	0	0	0
11	1	1	2
12	0	2	2

Tabela 9- Número de poros grandes contados na superfície interna da amostra ($A = 24\text{mm}^2$, $R =$ ao restante da face e, $At =$ Face interna) para o Grupo 3 (Cl. Mc).

Amostra	A	R	At
1	0	29	29
2	0	15	15
3	0	14	14
4	26	15	41
5	1	5	6
6	6	14	20
7	14	19	33
8	0	0	0
9	0	8	8
10	0	3	3
11	0	3	3
12	1	0	1

Resultados originais obtidos para a concentração de monômero em função do tempo.

Tabela 10- Dosagens de monômero em função do tempo para o Grupo 1(Cl. A) (% x 10⁻⁴)

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
24 h	164,1	106,4	116,3	274,2	113,7	173,4	172,0	247,0	134,2	138,2	249,0	257,6
48 h	87,8	78,5	96,4	152,1	62,0	138,9	118,3	168,7	92,5	109,7	192,6	135,6
72 h	69,9	46,0	48,7	117,7	36,1	81,8	117,0	101,1	58,0	82,5	145,5	119,0
96 h	64,6	49,4	52,0	106,4	40,1	76,5	87,8	99,8	50,7	66,6	121,0	96,4
120 h	69,9	56,7	49,4	107,7	52,7	84,5	69,9	88,5	71,9	69,2	109,7	79,9
144 h	77,2	48,7	60,0	94,4	50,7	81,8	63,3	81,8	63,9	67,9	96,4	75,9
168 h	63,3	41,4	38,7	96,4	58,0	70,6	69,9	117,0	72,6	58,6	98,4	84,5
192 h	56,7	39,4	46,7	86,5	54,7	67,9	73,9	75,2	62,0	69,2	91,1	86,5
216 h	39,4	24,8	26,1	50,7	32,1	41,4	48,7	54,7	35,4	45,4	64,6	63,3
240 h	61,3	36,1	56,0	66,6	54,7	49,4	48,7	62,6	42,7	46,7	63,9	69,2
264 h	28,1	16,2	17,5	50,0	17,5	40,1	47,4	53,3	41,4	39,4	25,5	63,3
268 h	44,7	50,7	44,1	54,7	32,1	52,7	42,7	48,0	39,4	45,4	30,1	46,7

Tabela 11- Dosagens de monômero em função do tempo para o grupo2 (A.Mc) (% x 10⁻⁴)

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
24 h	100,0	14,2	29,1	56,2	33,2	26,8	33,2	93,6	77,5	39,6	144,6	66,2
48 h	61,1	15,2	24,5	39,1	29,3	24,5	30,1	59,8	50,8	35,5	68,8	36,5
72 h	43,9	9,1	6,5	23,2	13,7	9,1	13,2	42,4	28,3	10,9	52,4	21,6
96 h	51,9	10,9	12,2	23,7	16,3	16,3	15,0	34,2	22,9	17,0	53,7	22,9
120 h	31,6	9,9	13,4	20,1	12,2	9,6	12,4	31,4	19,9	32,9	35,0	17,8
144 h	29,3	7,6	10,6	19,9	12,9	16,3	39,6	22,7	20,4	17,3	31,1	19,6
168 h	27,5	11,1	38,0	19,9	9,1	7,6	12,9	26,5	21,6	11,1	30,1	16,3
192 h	29,1	8,3	13,4	21,9	12,7	11,9	16,8	20,4	22,4	19,3	30,9	16,5
216 h	29,1	8,3	13,4	21,9	12,7	11,9	16,8	20,4	22,4	19,3	30,9	16,5
240 h	17,5	3,0	4,0	11,4	7,3	4,7	8,3	16,0	10,4	9,1	22,7	8,8
264 h	21,4	4,2	9,9	18,1	10,1	7,8	27,8	20,6	19,3	16,3	22,9	14,0
268 h	14,7	1,2	3,5	7,6	4,7	1,4	2,7	9,1	11,1	5,0	14,2	6,3

Tabela 12- Dosagens de monômero em função do tempo para o grupo 3(Cl.Mc)(% x 10⁻⁴)

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
24 h	91,1	92,5	106,4	75,2	71,2	211,8	94,4	142,2	95,8	118,3	174,0	125,6
48 h	79,2	58,0	85,8	52,7	86,5	94,4	68,6	74,6	52,7	90,5	109,7	76,5
72 h	77,9	33,4	56,7	35,4	25,5	71,2	50,7	44,7	28,8	50,0	77,2	50,7
96 h	71,9	53,3	50,0	40,1	30,8	81,2	42,7	50,0	46,7	55,3	81,8	49,4
120 h	62,0	46,7	57,3	45,4	40,7	75,9	48,0	64,6	54,7	72,6	89,1	53,3
144 h	60,0	50,0	57,3	45,4	35,4	71,9	52,0	56,0	48,7	60,6	83,8	58,6
168 h	62,6	130,3	71,2	53,3	81,8	72,6	70,6	54,7	46,7	46,0	76,5	60,0
192 h	72,6	51,3	63,3	43,4	61,3	83,8	63,3	57,3	44,7	48,7	82,5	52,0
216 h	38,7	30,1	32,1	21,5	24,8	46,7	28,1	32,8	26,8	31,5	60,0	32,8
240 h	291,4	41,4	158,1	41,4	37,4	51,3	47,4	49,4	43,4	67,9	67,9	51,3
264 h	36,1	28,1	36,8	24,8	30,8	50,0	26,8	37,4	32,1	30,8	60,6	30,1
268 h	43,4	26,8	45,4	38,1	26,8	50,0	46,7	36,8	34,1	37,4	60,0	36,1

Summary

11. Summary

The conventional method to process acrylic resin is a time consuming step to construct removable prosthodontics. The microwave processing would be a solution, but there are doubts about this process in metal presence. So the aim of this study was to compare residual monomer, microhardness and porosity of two acrylic resin cured by different methods in the presence of a metal framework. The conditions evaluated were: Group 1- Acrylic resin classico, short heatcured for 3 h, Group 2- Acron M-C resin cured in microwave for 3 min at 500 W, Group 3- Acrylic resin classico cured in microwave for 3 min at 500 W. For each group 12 specimens measured 30 x 4 mm (diameter x thickness) and contained in the inner a metal framework (28 x 10 mm). After the cure the samples were immersed individually in 6,5 ml of deionized water. Residual monomer released in the water, changed daily, was measured spectrophotometrically for 12 days. The specimens were polished to measure the microhardness from 50 to 800 μm of the metal framework. The specimens were cross-sectioned to evaluate the internal and external porosity by naked eye and using 100 x magnification. The results (mean \pm SE) of monomer release ($\% \times 10^{-4}$) and microhardness for the three groups were respectively: Day 1st 178,8 \pm 17,9 A, 59,5 \pm 11,1 B, 116,5 \pm 12,0 C; 12 th 44,3 \pm 2,2 A, 6,8 \pm 1,3 B, 40,1 \pm 2,7 A. The Knoop hardness were 1) 50 μm 16,45 \pm 0,22 B, 17,46 \pm 0,20 A, 17,14 \pm 0,26 AB; 2) 800 μm 16,75 \pm 0,14 B 18,14 \pm 0,32 A, 17,55 \pm 0,22 A. Statistical analysis (ANOVA) showed difference among the groups and means followed by the same letter do not differ significantly (Tukey, $p < 0,05$ %). Porosity by naked eye was observed in all the samples from group 3 and in 50% of the group 1 and 2. Using magnification, porosity was found externally and internally in all samples. It was concluded that the microwave energy can be effectively use to polymerized removable partial denture bases and the conventional resin when polymerized with microwave energy presented higher porosity.

KEY WORDS: Acrylic resins, Microwave, Residual Monomer, Porosity

Referências
Bibliográficas

2. Referências Bibliográficas*

01. AL DOORI, D., et al. A comparison of denture base acrylic resins polymerised by microwave irradiation and by conventional bath curing systems. **Dent. Mater.**, Washington, v.4, n.1, p.25-32, Feb 1988.
02. ALKHATIB, M. B., et al. Comparison of microwave-polymerized denture base resins. **Int. J. prosth.**, St Louis, v.3, n.3, p.249-255, May/June 1990.
03. AUSTIN, A. T., BASKER, R. M. 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.
04. BAFILE, M, et al. Porosity of denture resin cured by microwave energy. **J. prosth. Dent.**, St. Louis, v.66, n.2, p.269-74, Aug. 1991.
05. BAKER, S., BROOKS, S. C., WALKER, D. M. The release of residual monomeric methyl methacrylate from acrylic appliances in the human mouth: an assay for monomer in saliva. **J. Dent. Res.**, Washington, v.67, n.10, p.1295-99, Oct. 1988.
06. COMBE, E.C. Notes on dental materials. 5 ed. Edinburgh: Churchill Livingstone, 1986. p.50-2, 258-63. **Apud** Bafile, M et al Op. cit Ref. 05.
07. CRAIG,R.G. **Plastics In:_____ Restorative Dental Material.** 6 ed.St.Louis: C.V. Mosby, 1980 chap.14
08. DAVENPORT, J.C. The oral distribution of candida in denture stomatitis. **Br. dent. J.**, London, v.129, n.18, p.151-6, Aug 1970.
09. DE CLERCK, J.P. Microwave polymerization of acrylic resins used in dental prostheses. **J. prosth. Dent.**, St. Louis, v.57, n.5, p.650-658, May 1987.

* De acordo com a NBR 6023 de agosto 1989, da Associação Brasileira de normas Técnicas (ABNT).
Abreviatura dos Periódicos de conformidade com "World List of Scientific Periodicaes"

10. DEL BEL CURY, A. A. **Estudo *in vitro* das propriedades físico-químicas de resinas acrílicas dentais termopolimerizáveis, quimicamente ativadas e curadas por microondas.** Tese (Doutorado)-Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, 1992. 133p.
11. FARAJ, S.A.A., ELLIS, B. The effect of processing temperatures on the exotherm, porosity and properties of acrylic denture base. **Br. dent. J.** London, v.147, n.16, p. 209-212, Oct. 1979.
12. FLETCHER, A. M., et al. The level of residual monomer in self-curing denture-base materials. **J. dent. Res.**, Washington, v. 68, n. 2, p. 118-120. Feb. 1983.
13. HARRISON, A., HUGGET, R. Effect of the curing cycle on residual monomer levels of acrylic resin denture base polymers. **J. Dent.**, Oxford, v.20, n.6, p.370-374, Apr. 1992.
14. ILBAY, S. G., GÜVENER, S., ALKMRU, H. N. Processing dentures using a microwave technique. **J oral Rehabil.**, Oxford, v. 21, n.1, p.103-109, Jan. 1994.
15. JAGGER, R.J. Effect of the curing cycle on some properties polymethylmethacrylate denture base material. **J oral Rehabil.**, Oxford, v.5, n.2 p.151-157, Apr 1978.
16. JEROLIMOV, V. et al. The effect of variations in the polymer/monomer mixing ratios on residual monomer levels and flexural properties of denture base materials. **Quintessence int.**, Berlin, v.9, n.7, p.431-434, July/Aug. 1985.
17. KIMPARA, E.T., MUENCH, A. Porosidade em decorrência do processamento e volume de resina acrílica. **Revta. Odont. Univ. S. Paulo.** v.10, n.3, p.237-239, jul/set. 1996
18. KIMURA, H., et al. Applications of microwave for dental technique (part I). **J. Osaka. Univ. dent. Univ.**, Osaka, v. 23, p.41-49, Aug 1983.

19. KODA, T., et al. High-performance chromatographic estimation of eluates from dentures base polymers. **J. Dent.**, Oxford, v.17, n.2, p.84-89, July 1989.
20. _____, et al. Leachability of denture-base acrylic resins in artificial saliva. **Dent. Mater.**, Washington, v.6, n.1, p.13-16, Jan 1990.
21. LAMB, D.J., ELLIS, B., PRIESTLEY, D. The affects of process variables on levels of residual monomer in autopolymerizing dental acrylics resin. **J. Dent.**, Oxford, v.11, n1, p. 80-88, Mar 1983.
22. _____, _____. D. Loss into water of residual monomer from autopolimerizing dental acrylic resin. **Biomaterials**, Guildford, v.3, n.3, p.155-159, July 1982.
23. LEVIN, B., SANDERS, J.L., REITZ, P.V. The use of microwave energy for processing acrylic resins. **J. prosth. Dent.**, St. Louis, v. 61, n. 3, p. 381-383, Mar 1989.
24. McCABE, J. F., BASKER, R. M. Tissue sensitivity to acrylic resin A method of mesuring the residual monomer content and it's clinical application. **Br. dent. J.**, London, v.140, n.10, p. 347-350, May 1976
25. NOWLIN, T.P., TAUBERT, T., BOESELT, B.J. Tensile Strenght and porosity in two new microwave process acrylics. **J. dent. Res.**, Washington, v.70, p.476, Apr 1991(special issue).
26. NISHII, M. Studies on de curing of denture base resins with microwave irradiation: with particular reference to heat-curing resins. **J. Osaka dent Univ.**, Osaka, v.2, p.23-40, Feb. 1968.

27. REITZ, P.V., SANDERS, J.L., LEVIN, B. The curing of denture acrylic resins by microwave energy. Physical properties. **Quintessence int.** Berlin, v.6, n.8, p.547-551, Aug 1985.
28. RODRIGUES, GARCIA, R.C.M. **Estudo da adaptação e porosidade de bases de próteses confeccionadas com resina acrílica dental submetida a dois ciclos de polimerização.** Tese de (Doutorado) -Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, 1995. 107 p.
29. ROHRER, M.D. , BULARD, R. A. Microwave sterilization. **J. Am. dent.** Chicago, v. 110, p. 194-196, Feb. 1985.
30. RUYTER, I.E. Release of formadehyde from denture base polymers **Acta odont. scand.**, Oslo, v. 38, n.1, p.17-27, Mar. 1980.
31. SABB, E. M., RAMADAN, F. A., MOHAMED, F.A. The effect of curing cycles and mold materials on porosity of acrylic resin. **Egypt Dent. J.** Cairo, v.21, n.1, p.75-88, Jan. 1975.
32. SADAMORI, S. et al. Influence of thickness and location on residual monomer content of denture base cured by three processing methods. **J prosthet Dent**, St. Louis, v.72, n.1, p.19-22, July 1994.
33. SANDERS, J.L., LEVIN, B., REITZ, P.V. Porosity in denture acrylic resins cured by microwave energy. **Quintessence int.**, Berlin, v.18, n.7, p. 453-456, July 1987.
34. SHLOSBERG, S.R. et al. Microwave energy polymerization o poly (methyl methacrylate) denture base resin. **Int. J. Prosth.**, St. Louis, v.2, n.5, p.453-458, Sep/Oct. 1989.
35. STAFFORD, G. D., BROOKS, S.C. The loss of residual monomer from acrylic ortodontic resins. **Dent. Mater.**, Washington, v.1, n.4, p.135-138, Aug. 1985.

36. PHILLIPS, R.W. Propriedades Físicas dos Materiais Dentários. Reologia. Cor. Propriedades Térmicas. IN _____,ed SKINNER Materiais Dentários; 9 ed. Rio de Janeiro, Guanabara, Koogan, 1993. Cap. 3 P.16-34.
37. PHILLIPS,R.W. Resinas para bases de dentadura: considerações técnicas e resinas diversas.IN _____,ed SKINNER Materiais Dentários; 9 ed. Rio de Janeiro, Guanabara, Koogan, 1993. Cap. 11, P.103- 123.
38. SMITH, D.C., BAINS M.D. The acrylic denture base. Residual monomer. **Br. dent. J.** London, nº 5, v.105, p. 86-91. Aug. 1956.
39. _____, D.C. The detection and estimation of residual monomer in Polymethyl methacrylate. **Dent. Res.**, Washington, v. 35, n. 1, p. 16-24, Feb. 1958.
40. SPENCER, H.R., GARIAEFF, P. The present status of vulcanite versus plastics a base plate material. **Contact Point.**, San Francisco, v.27, p.263-267, June 1949.
41. TAKAMATA, T., SETCOS, J.C. Resin dentures bases: Review of accuracy and methods of polymerization **Int. J. Prosth.**, St. Louis, v.2, n.6, p.555-562, Nov/Dec. 1989.
42. TAUBERT, T.R., NOWLIN, T.P. Controlling porosity in microwave processed acrylic. **Trends Thech contemp. Dent. Lab.**, Alexandria, v.9, n.3, p.45-48, Apr. 1992.
43. TRUONG, V., THOMASZ, F.G.V. Comparison of denture acrylic resins cured by boiling water and microwave energy. **Aust. dent. J.**, St. Leonards, v.33, n.3, p.201-204, June 1988.
44. WOLFAARDT, J.F.,CLEATON-JONES, P., FATTI, P. The occurrence of Porosity in a heat-cured poly (methil methacrylate) denture base resin. **J. prosth. Dent.** St. Louis,v.55, n.3, p.393-400, Mar. 1986

45. YUNUS, N., HARRISON, A., HUGGET, R. Effect irradiation on the flexural strength and residual monomer levels of an acrylic resin repair material **J. oral Rehabil**, Oxford, v.21, p.,641-48, Nov. 1994.