



Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Universidade Estadual de Campinas



BLANCA LILIANA TORRES LEÓN
Cirurgiã - Dentista

Avaliação de propriedades físico-químicas de reembasadores resilientes polimerizados por diferentes métodos.

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do Título de Doutor em Clínica Odontológica, Área de Prótese Dental.



Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Universidade Estadual de Campinas



BLANCA LILIANA TORRES LEÓN
Cirurgiã - Dentista

Avaliação de propriedades físico-químicas de reembasadores resilientes polimerizados por diferentes métodos.

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do Título de Doutor em Clínica Odontológica, Área de Prótese Dental.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Renata C. Rodrigues Garcia
Co-orientadora: Prof.^a Dr.^a Altair A. Del Bel Cury

T636a Torres León, Blanca Liliana.
Avaliação de propriedades físico-químicas de reembasadores resilientes polimerizados por diferentes métodos. / Blanca León Blanca Liliana. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2003.
xviii, 140 p. : il.

Orientadores : Prof^a Dr^a Renata C. Rodrigues Garcia,
Prof^a Dr^a Altair A. Del Bel Cury.
Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Solubilidade. 2. Envelhecimento. 3. Monômeros. 4. Microondas. I. Garcia, Renata C. Rodrigues. II. Del Bel Cury, Altair A. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. IV. Título.

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

Dedico este Trabalho

A Deus, ser supremo, pela força e amor nesta árdua batalha.

Aos meus pais maravilhosos Gastón e Blanca pelo grande exemplo, incentivo, amor e apoio ao longo da minha vida.

Aos meus irmãos Irma e Gastón pela paciência, carinho e apoio em todos os momentos.

A meu esposo André pelo grande amor, confiança, apoio e incentivo que permitiram o desenvolvimento de mais uma etapa da minha vida.

Agradecimentos Especiais

À Prof^a. Dr^a. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia, pela grande dedicação, orientação e apoio que influenciaram em minha formação.

À Prof^a. Dr^a. Altair Antoninha Del Bel Cury, pelo exemplo de determinação, incentivo e apoio que possibilitaram a realização deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, na pessoa do Senhor Diretor Prof. Dr. **Thales Rocha de Mattos Filho** e do diretor associado Prof. Dr. **Oslei Paes de Almeida**, pela oportunidade da realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. **Lourenço Correr Sobrinho**, Coordenador do Curso de Pós - graduação e à Prof^a. Dr^a. **Brenda Paula Figueredo de Almeida**, Coordenadora do Curso do Pós - graduação em Clínica Odontológica, por sua prestimosidade.

Ao Prof. Dr. **Jaime Aparecido Cury**, da área de Bioquímica Oral da FOP-Unicamp, pelo auxílio no decorrer do trabalho e pelas atenções do Laboratório de Bioquímica.

Ao Prof. Dr. **Simonides Consani**, da área de Materiais Dentários da FOP-Unicamp, pela utilização do Laboratório de Materiais Dentários.

À área de Prótese Total na pessoa Prof. Dr. **Marcelo Ferraz Mesquita** pela orientação na utilização da Termocicladora MSCT-3 e a Máquina de Ensaio EMIC.

Ao Prof. Dr. **Cláudio de Andrade Veiga** pela revisão do texto.

À bibliotecária Marilene Girello pela orientação na formatação das referências bibliográficas.

Às secretárias de Pós-graduação Erica Pinho e Sonia Arthur pela orientação, ajuda e amizade.

AGRADECIMENTOS

Aos técnicos do Laboratório de Bioquímica Oral, FOP-Unicamp, Mariza de Jesus Carlos Soares, Waldomiro Vieira Filho e José Alfredo da Silva pelo auxílio no desenvolvimento experimental deste estudo.

À técnica do Laboratório de Prótese Parcial Removível, FOP-Unicamp, Joselena Casati Lodi, pela ajuda, carinho e atenção.

Ao técnico do Laboratório de Materiais Dentários, FOP-Unicamp, Marcos Blanco Cangiani, pela ajuda e apoio durante a realização da pesquisa.

A técnica do Laboratório de Prótese Total, FOP-Unicamp, Cleide Fernandes, pela atenção.

A Viviane Maia Barreto de Oliveira e José Antônio Nunes de Mello pela ajuda, carinho e incentivo em todos os momentos.

A Juliana Silva Moura e Andréa Castro Domingos pela grande amizade e carinho.

Aos colegas de pesquisa do Laboratório de Pós-graduação da FOP-Unicamp: Joane Augusto de Souza, Rosena Santos da Rosa, Juvenil Diniz, Emilena Xisto Lima, Edwin

Contreras, Manuel Tróia, Marcos Antônio Borges, Bruno Alves, Ezilmara de Souza, Tatiana Bernandon, Juliana Rahal, Samira Albuquerque de Sousa e Andréa Almeida de Carvalho pelo companheirismo e apoio.

Ào CNPq-Convênio PEC/PG pela bolsa de estudos que me foi concedida.

“Ninguém ignora tudo, ninguém sabe tudo. Por isso, aprendemos sempre”.

Paulo Freire

SUMÁRIO

RESUMO	1
ABSTRACT	3
1. INTRODUÇÃO	5
2. REVISÃO DE LITERATURA	9
2.1 Sorção de água e solubilidade.....	9
2.2 Resistência de união.....	29
2.3 Método de polimerização.....	39
2.4 Efeito da termociclagem sobre as propriedades dos reembasadores resilientes..	46
2.5 Monômero residual.....	51
3. PROPOSIÇÃO	65
4. MATERIAIS E MÉTODOS	67
4.1 Confeção dos corpos-de-prova	68
4.1.1 Sorção de água e solubilidade.....	68
4.1.2 Resistência de união	72
4.1.3 Liberação de monômero residual.....	77
4.1.4 Divisão dos corpos-de-prova.....	79
4.2 Avaliação da sorção de água e solubilidade.....	80
4.3 Avaliação da resistência de união	83
4.4 Avaliação da liberação de monômero residual.....	84
4.4.1 Espectro da absorção do monômero residual.....	85
4.4.2 Curva de calibração do monômero (metilmetacrilato/butilmetacrilato).	86

4.4.3 Determinação da quantidade de monômero liberado.....	88
4.5 Análise estatística.....	88
5. RESULTADOS.....	89
5.1 Sorção de água e solubilidade.....	89
5.2 Resistência de união.....	90
5.3 Liberação de monômero residual.....	92
6. DISCUSSÃO.....	97
7. CONCLUSÃO.....	107
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	109
ANEXOS.....	115
9.1 Valores do teste de sorção de água e solubilidade.....	115
9.2 Valores do teste de resistência de união.....	117
9.3 Tipos de ruptura na interface de união.....	118
9.4 Valores do teste de liberação de monômero residual.....	120
9.5 Análise estatística da sorção de água.....	121
9.6 Análise estatística da solubilidade.....	124
9.7 Análise estatística da resistência de união.....	128
9.8 Análise estatística da liberação de metilmetacrilato.....	131
9.9 Análise estatística da liberação de butilmetacrilato.....	139

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar e comparar a sorção de água, solubilidade, resistência de união medido pelo teste de tração e liberação de monômero residual de dois reembasadores resilientes, à base de resina acrílica, polimerizada por diferentes métodos. Todas as amostras foram confeccionadas em material resiliente Eversoft ou Light Liner e separadas em três grupos, de acordo com o método de polimerização: G1) EverSoft - banho de água quente; G2) EverSoft - energia de microondas; e G3) Light Liner - luz visível. Para cada grupo, foram elaborados 10 corpos-de-prova circulares (50 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura) para sorção de água e solubilidade; 12 retangulares para resistência de união (73x10x10 mm) e 12 amostras retangulares (40x10x3 mm) para liberação de monômero residual. Os corpos-de-prova para sorção de água, solubilidade e resistência de união foram submetidos a 2000 ciclos térmicos, enquanto as amostras para liberação de monômero residual foram armazenadas em água destilada, por sete dias, à temperatura de 37°C. Os resultados de sorção de água, solubilidade e resistência de união foram submetidos à análise de variância e teste de Bonferroni, e os de liberação de monômero, à regressão polinomial. Quanto à sorção de água (%) os resultados não apresentaram diferenças significativas entre os diversos grupos ($p > 0,05$). Entretanto, a solubilidade (%) foi menor ($p < 0,05$) para o G3 ($5,32 \pm 0,35$) quando comparada aos G1 ($7,26 \pm 1,09$) e G2 ($7,77 \pm 0,89$). A liberação de Metilmetacrilato ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) diminuiu no decorrer do tempo, sendo que, com 168 h, houve diferença ($p < 0,05$) entre G1 ($0,27 \pm 0,02$) e G2 ($0,25 \pm 0,02$). A maior liberação de Butilmetacrilato ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) ocorreu com 24 h ($1,04 \pm 0,02$) e a menor com 168 h ($0,68 \pm 0,02$). Para resistência de união (MPa), o G2 ($0,67 \pm 0,05$) apresentou o maior e significativo

($p < 0,05$) valor, quando comparado ao G1 ($0,54 \pm 0,07$) e G3 ($0,55 \pm 0,05$). Os resultados na interface de união reembasador – resina (%) demonstraram ausência de rupturas coesivas. Diante dos resultados, concluiu-se que o reembasador Light Liner (G3) apresentou os menores valores de solubilidade; o reembasador EverSoft, polimerizado por energia de microondas (G2), obteve os maiores valores na resistência de união; os tipos de rupturas no G2 e G3 foram predominantemente mistas e não houve diferença estatística significativa na liberação de metilmetacrilato nos grupos G1 e G2 no intervalo de 24 a 144 horas.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate water sorption, solubility, bond strength by a tensile test and residual monomer of two soft liners polymerized by different methods. All samples were fabricated in EverSoft and Light Liner and divided into three groups, according the polymerization method: G1) EverSoft - heat polymerized; G2) EverSoft – microwave energy and G3) Light Liner- visible light. For water sorption and solubility testing, 10 disks (50 mm in diameter and 0.5 mm in thickness) were prepared for each group; 12 samples for tensile bond strength (73x10x10 mm) and 12 samples for residual monomer (40x10x3 mm). For water sorption, solubility and tensile bond strength, the specimens were thermocycled (2000 cycles). Residual monomer specimens remained in distilled water for 7 days at 37°C. The data of water sorption, solubility and tensile bond strength were analyzed by ANOVA and Bonferroni's test, and those of residual monomer by polynomial regression. Regarding water sorption (%), the results showed no significant differences among the groups ($p>0.05$), but in relation to solubility (%) they were significantly lower ($p<0.05$) for G3 (5.32 ± 0.35) than G1 (7.26 ± 1.09) and G2 (7.77 ± 0.89). The release of methylmetacrylate ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) decreased along the time, and difference ($p<0.05$) was found after 168 h, between G1 (0.27 ± 0.02) and G2 (0.25 ± 0.02). The highest release of butylmetacrylate ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) (G3) was observed after 24 h (1.04 ± 0.02) and the lowest occurred after 168 h (0.68 ± 0.02). The tensile bond strength (MPa) values were highest and significantly different ($p<0.05$) for G2 (0.67 ± 0.05), when compared to G1 (0.54 ± 0.07) and G3 (0.55 ± 0.05). The results showed that there was no cohesive rupture (%) at the acrylic resin. It was concluded that Light Liner showed the lowest values of

solubility, EverSoft lining material polymerized by microwave energy (G2) had the highest values of bond strength, G2 and G3 exhibited a combination of cohesive-adhesive failure. For the level of the residual monomer, there was no significant difference between G1 and G2 at 24 and 144 h.

1. INTRODUÇÃO

O restabelecimento da função mastigatória, estética e fonética de pacientes parcial ou totalmente desdentados é obtido na maior parte das vezes, mediante a instalação de próteses removíveis, geralmente constituídas de resina acrílica dental. Estas próteses apresentam propriedades físicas satisfatórias e proporcionam adequada adaptação aos tecidos de suporte. Entretanto, em face da contínua reabsorção óssea e alterações no contorno dos tecidos bucais que ocorrem sob as bases de próteses removíveis, estas podem se tornar desadaptadas (CRAIG *et al.*, 1997), comprometendo a função mastigatória.

Para o restabelecimento da adaptação e das condições de saúde dos tecidos de suporte é preciso que as próteses sejam preenchidas segundo um processo denominado reembasamento (CRAIG *et al.*, 1997), que pode ser realizado com adição de resina acrílica ou material reembasador não resiliente. Entretanto, em alguns casos este procedimento pode se tornar insatisfatório, pois uma prótese instalada sobre uma fibromucosa com pouca queratinização e com tecido ósseo reabsorvido, ao ser preenchida com material rígido, poderá causar sensibilidade ou ferimentos na mucosa. Para esta situação é que surgiram os materiais reembasadores resilientes (BATHES & SMITH, 1965) que, em contato com os tecidos bucais, permitem maior conforto e distribuem a tensão das forças mastigatórias de forma mais homogênea (BATES & SMITH, 1965 e BROWN, 1988).

Estes materiais podem ser classificados, de acordo a sua composição química, em materiais à base de resina acrílica e materiais à base de silicone (WRIGHT *et al.*, 1981). Os reembasadores à base de resina acrílica, por sua vez, podem ser subdivididos em dois subgrupos. O primeiro compreende materiais em que o líquido está constituído por

componentes monoméricos como metil, etil ou butilmetacrilato e agentes plastificantes. O segundo grupo se assemelha com os condicionadores de tecidos. O líquido contém uma mistura de ésteres plastificantes e álcool etílico (MC CABE, 1976; WRIGTH *et al.*, 1981).

De acordo com os métodos de polimerização, os reembasadores resilientes ou não resilientes, podem ser processados de três formas diferentes: químico, termo ou fotoativados. Para os termicamente ativados, o calor pode ser gerado através do banho de água quente (DOOTZ *et al.*, 1993; SADAMORI *et al.*, 1995; KAWANO *et al.*, 1997) ou energia de microondas (MC KINSTRY, 1991; BAYSAN *et al.*, 1998), enquanto os reembasadores fotopolimerizáveis utilizam, como fonte de energia, a luz visível (OGLE *et al.*, 1986; SIMTH & POWERS, 1991; SADAMORI *et al.*, 1995).

Foi comprovado por diversos estudos que o método de polimerização, através da luz visível, apresenta resultados satisfatórios nos materiais não resilientes: baixa alteração dimensional (SADOMORI *et al.*, 1995), adequada força de união com as bases de prótese (POLYZOIS *et al.*, 1992; ARENA *et al.*, 1993), completa polimerização sem componentes residuais e ausência na sua composição química do metilmetacrilato (KAWAGUCHI *et al.*, 1996).

Ao pesquisar o uso de energia de microondas, observou-se a existência de numerosos trabalhos que avaliam a sua utilização para polimerização de resinas acrílicas. Este método é considerado mais rápido e limpo (DE CLERK, 1987) em comparação com o método de banho de água quente. Outra vantagem é o controle do tempo de polimerização (BAYSAN *et al.*, 1998) e ainda a baixa liberação do monômero residual (BRAUN *et al.*, 1998; NUNES DE MELLO & DEL BEL CURY, 1999). Essa liberação de monômero residual permite verificar a conversão do monômero em polímero alcançada (BARTOLONI

et al., 2000). Possivelmente sua liberação nos materiais resilientes polimerizados por energia de microondas, é também menor quando comparada ao método de banho de água quente, da mesma maneira como acontece nas resinas acrílicas (YUNUS *et al.*, 1994).

Além da liberação do monômero residual, os reembasadores resilientes ao serem imersos em meio aquoso, sofrem sorção de água e/ou perda simultânea do agente plastificante e outros componentes solúveis como álcool etílico (WRIGHT, 1981, KAZANJI & WATKINSON, 1988; PARKER & BRADEN, 1989; GRAHAM *et al.*, 1991). A sorção da água pode reduzir a resistência de união entre reembasador-resina, (AMIN *et al.*, 1981; POLYZOIS *et al.*, 1992), propriedade que desempenha um papel importante para avaliar a força adesiva entre os dois materiais (KUTAY, 1994).

Existem vários relatos de literatura que verificaram as diversas propriedades físicas e mecânicas nos materiais resilientes. Apesar do grande número de trabalhos, poucos analisaram suas propriedades após o envelhecimento acelerado através da termociclagem (QUDAH *et al.*, 1991; PINTO *et al.*, 2002). Também foi observado que o material reembasador resiliente foi pouco avaliado utilizando-se os métodos de polimerização de energia de microondas (BAYSAN *et al.*, 1998) ou luz visível, mesmo sabendo-se que esses processos de polimerização foram amplamente utilizados, em materiais não resilientes, com resultados satisfatórios.

Desta maneira, o objetivo deste trabalho foi avaliar e comparar a sorção de água, solubilidade e a resistência de união de dois materiais resilientes, polimerizados por diferentes métodos após 2000 ciclos térmicos. Também foi avaliada a liberação de monômero residual, após sete dias de armazenamento em água destilada.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Sorção de água e solubilidade

BATES & SMITH, em 1965, realizaram estudos *in vivo* e *in vitro* de materiais reembasadores resilientes de diferente composição química. O estudo *in vitro* avaliou a absorção de água e a absorção dos óleos de oliva e hortelã. Através desta avaliação se determinou a resistência do material às comidas gordurosas, aos agentes de limpeza, colutórios e outras substâncias oleosas. Também foram avaliados a estabilidade da cor, dureza, compressão, tensão e os efeitos dos agentes químicos de limpeza sobre a superfície e a dureza dos materiais resilientes. Foram confeccionadas duas séries de amostras planas quadradas de 5 cm². As amostras foram constituídas por material reembasador de diferente espessura (1,5 e 3 mm) e uma base de resina acrílica Kalodent 333 (1,5 mm de espessura). Após seu processamento, as amostras foram armazenadas em ambiente seco, durante 7 dias ou em água, por 30 dias. Para avaliar a absorção de água, as amostras foram armazenadas em água, durante 30 dias a 37°C. Posteriormente foram desidratadas até a estabilização do peso. Para avaliar a absorção de óleo, algumas amostras foram imersas individualmente em óleo de oliva e outras, em óleo de hortelã. Os corpos-de-prova foram removidos, secos e pesados nos seguintes tempos: 24 horas, 7, 12 e 21 dias. A estabilidade da cor foi avaliada através da exposição à radiação de vapor de tungstênio – mercúrio, por 24 horas, seguindo-se as condições da British Standard 2487 (resinas para base de próteses). As áreas expostas à radiação e as não expostas foram comparadas visualmente. Outras amostras foram avaliadas de forma semelhante, após 30 dias de armazenagem em água à 37°C e expostas à

luz do dia. A força de união foi avaliada através do ensaio de tensão utilizando-se um tensiômetro a uma velocidade de 2 polegadas/minuto. Também foi analisada a interface de união entre reembasador e resina acrílica através de microscópio. A dureza foi determinada seguindo-se as condições 903 da British Standar (I.S.O/R48). Para avaliar a compressão (rigidez e elasticidade), foram confeccionadas amostras de 0,75 polegadas de altura e 0,5 polegadas de diâmetro. Os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C, seguindo-se a especificação nº11 da A.D.A. Os efeitos dos agentes de limpeza na cor e na superfície foram analisados visualmente. Para o estudo *in vivo* foram selecionados dois materiais reembasadores: Molloplast-B e Palasiv. Um total de 89 pacientes foi examinado a cada 9 meses, durante 3 anos. Foram reembasadas 36 próteses com material Molloplast-B e 53 próteses com material reembasador Palasiv. O procedimento de avaliação foi realizado constantemente através das seguintes observações: tecidos orais, higiene oral, conforto, sabor e método de higiene. Em relação ao material reembasador foram analisadas a cor, abrasão, a presença de restos alimentares, a dureza na região dos incisivos centrais inferiores e a dureza na região das primeiras bicúspides inferiores. Os autores concluíram que, no estudo *in vitro*, os materiais resilientes Molloplast-B e Palasiv apresentaram um melhor desempenho das propriedades avaliadas. O material Molloplast-B, se manipulado corretamente no laboratório e tratado de forma adequada pelo paciente, poderia durar três anos ou mais. Os mesmos também observaram a necessidade de desenvolver materiais resilientes com maior durabilidade.

Em 1975 foi publicada uma revisão da especificação nº12 da Associação Dentária Americana, relacionada aos polímeros para base de prótese que resume os procedimentos

básicos quando da utilização de resina acrílica para bases de prótese. Para ensaios de sorção e solubilidade, as amostras de resina devem possuir 50 ± 1 mm de diâmetro e $0,5 \pm 0,05$ mm de espessura, e devem ser obtidas a partir de matriz de aço inoxidável, incluída em gesso. Após a polimerização, a amostra deverá ser polida manualmente ou em politriz, empregando-se lixas de granulações decrescentes de 120, 240, 400 e 600. A seguir, as mesmas devem ser submetidas ao processo de desidratação, em dessecador contendo sulfato de cálcio anidro ou sílica gel a $37 \pm 2^\circ\text{C}$ por 24 h, transferidas para dessecador similar à temperatura ambiente por 1h, e então pesadas em balança analítica, com precisão de 0,2 mg. Este ciclo deve ser repetido até que a perda do peso de cada amostra não seja maior que 0,5 mg durante 24h. As amostras devem então ser imersas em água destilada a $37 \pm 1^\circ\text{C}$ durante sete dias, removidas com pinça, secas com papel absorvente até que estejam livres de água visível, agitadas no ar por 15 s e pesadas 1 min após a remoção da água. O valor para sorção de água (mg/cm^2) deve ser calculado a partir da seguinte fórmula: $[\text{massa após a imersão (mg)} - \text{massa condicionada (mg)}] / \text{área superficial (cm}^2\text{)}$. Após a última pesagem para sorção, as amostras devem ser novamente recondicionadas em um dessecador até a obtenção de uma massa constante, assim como no primeiro processo. O valor para solubilidade (mg/cm^2) deve ser calculado a partir da seguinte formula: $[\text{massa condicionada (mg)} - \text{massa recondicionada (mg)}] / \text{área superficial (cm}^2\text{)}$.

MC CABE, em 1976 examinou a composição de cinco reembasadores resilientes à base de resina acrílica (Coe-Soft, Soft Oryl, Coe Super Soft, Palasiv e Virina). Os componentes do líquido de todos os reembasadores foram identificados por cromatografia

gasosa, sendo suas concentrações calculadas. Também foi determinada a temperatura de transição vítrea dos polímeros. Os resultados revelaram que o material Soft Oryl é constituído por pérolas de polimetilmetacrilato e os reembasadores Coe Soft e Virina são provavelmente compostos por co-polímeros, cujo principal constituinte é metilmetacrilato. O material Coe Super Soft é constituído por polietilmetacrilato ou por um copolímero de metilmetacrilato. O Palasiv consiste provavelmente em um co-polímero contendo alta proporção de butilmetacrilato, que lhe proporciona baixa temperatura de transição vítrea. Desta maneira, os autores classificaram os reembasadores em dois grupos: 1) aqueles em que o monômero acrílico está contido no líquido (Palasiv, Virina e Coe Super Soft); e 2) aqueles materiais em que o componente líquido não contém monômero (Soft Oryl e Coe Soft). Os demais materiais possuem composição similar aos condicionadores teciduais. As temperaturas de transição vítrea dos polímeros dos materiais avaliados foram: Soft Oryl - maior de 100°C, Coe Soft e Virina - 90°C, Coe Super Soft -70°C e Palasiv -50°C. Analisando os resultados, os autores concluíram que a resiliência ou módulo de elasticidade dos materiais com mesma composição química, depende da quantidade de agente plastificante e da temperatura de transição vítrea do polímero.

SUCHATLAMPONG *et al.*, em 1977, investigaram as características de compressibilidade, absorção de água e solubilidade, e espectro de absorção infravermelha de dois reembasadores à base de resina acrílica: Coe-Supersoft (termicamente ativada) e Soft Oryl (quimicamente ativada), e dois à base de silicone: Flexibase (autopolimerizável) e Molloplast-B (termopolimerizável). Para avaliar o espectro de absorção infravermelha, as amostras foram obtidas a partir da inclusão em gesso de matrizes retangulares. Logo após a

confeção, foram armazenadas em água por 3 meses à temperatura de $37\pm 1^{\circ}\text{C}$. Para a absorção de água e solubilidade, os corpos-de-prova foram preparados a partir da inclusão em gesso de matrizes circulares de resina acrílica de 50 mm de diâmetro x 2 mm de espessura. Os mesmos foram colocados em dessecador contendo sílica gel até que se atingisse o peso constante. A seguir, os corpos-de-prova foram imersos em água destilada a $37\pm 1^{\circ}\text{C}$ e a absorção de água foi verificada após 24, 48 horas, 7 dias, 1 mês e 3 meses. A solubilidade foi determinada nos seguintes tempos: 24 horas, 1 mês e 3 meses. Para o ensaio de compressibilidade, foram confeccionadas amostras de 15 mm de diâmetro com espessuras diferentes (1,2,3,4 e 5 mm). Após o período de imersão em água, os corpos-de-prova foram avaliados em uma máquina de ensaio universal, a uma velocidade de 0,2 mm/minuto. Através da espectroscopia infravermelha, foi verificada a absorção de água dos quatro reembasadores avaliados. Observou-se uma pronunciada alteração química no Flexibase. Em relação à absorção e solubilidade, Flexibase apresentou os maiores valores e Soft Oryl e Molloplast-B, os menores. Coe Super Soft mostrou uma absorção e solubilidade moderada nos períodos iniciais e um elevado aumento na solubilidade após três meses. Quanto à compressibilidade, os valores indicaram que o material Coe Super Soft e Soft Oryl apresentaram maior deformação em espessuras finas. Flexibase mostrou uma razoável deformação em espessuras finas e grossas, e Molloplast-B uma menor deformação em espessuras grossas. Diante os resultados, os autores constataram que a absorção de água pode influenciar no grau de alteração química do material e na perda do agente plastificante. Também observaram que a absorção de água depende da espessura das amostras, e que segundo os autores a medida de 2mm seria adequada para o uso clínico.

Em 1981, **WRIGHT** estudou a composição química, absorção e solubilidade de água, viscoelasticidade, resistência à ruptura, umedecimento, efeito da colonização por *cândida albicans* e força de adesão de 13 reembasadores resilientes comerciais e 4 reembasadores experimentais, após seis meses de imersão em água destilada. A composição química foi analisada através de espectroscopia de absorção infravermelha, assim como a identificação do monômero e do plastificante contidos no líquido. Para o ensaio de absorção e solubilidade em água, as amostras foram imersas em água destilada à temperatura de 37°C e pesadas em vários intervalos de tempo até que a estabilização do peso foi atingida. Posteriormente, as amostras foram secas em estufa a 37°C contendo dessecante. Este procedimento foi realizado até a remoção de todo o material solúvel. A viscoelasticidade foi avaliada utilizando-se um pêndulo torsional de 0,05 a 0,5 Hz à temperatura do ambiente. A energia de ruptura foi avaliada em função da velocidade do rasgamento. A umidade foi analisada através da angulação formada entre o material resiliente e a água destilada. A força de união foi testada em um aparelho Nene com uma angulação de 180° e o crescimento da *cândida albicans* foi analisado pelo método da sensibilidade das bactérias aos agentes antimicrobianos. A análise química mostrou diferenças entre todos os materiais. Assim, os reembasadores foram classificados de acordo com a sua composição química em: a) silicones: ativados quimicamente (Flexibase, Simpa e Cardex-Stabon) e termicamente (Per-Fit e Molloplast-B); b) resinas acrílicas: tipo condicionadores de tecidos (Coe-Soft, Soft Oryl e Ardee), convencionais (Coe Super-Soft, Palasiv 62, Soft Nobiltone, Virina, Verno Soft e A.D.I Plastics), modificadas (Cole) e hidrofílicas (Hydron). Quanto à absorção e solubilidade, os maiores valores foram

observados para os silicones quimicamente ativados, condicionadores de tecidos e resinas acrílicas hidrofílicas. Os menores valores foram apresentados pelos silicones termicamente ativados. Os reembasadores à base de resina acrílica apresentaram uma menor resiliência sobre cargas compressivas e na recuperação das dimensões originais, em comparação com os de base de silicone. A resistência de ruptura dos reembasadores à base de resina acrílica foi maior em comparação aos silicones e condicionadores de tecidos, com exceção de Soft Nobiltone. A força de união do Perfit e os reembasadores à base de resina acrílica foram satisfatórios em comparação com os silicones quimicamente ativados e condicionadores de tecidos. Os materiais à base de silicone apresentaram um efeito inibitório do crescimento da *cândida albicans*. A capacidade de umedecimento da maioria dos reembasadores apresentou características similares à das resinas acrílicas, com exceção dos silicones, Palasiv 62 e Hydron. O autor concluiu que o Per-Fit, silicone ativado termicamente, pode ser considerado um reembasador permanente por apresentar um melhor desempenho das propriedades avaliadas.

Em 1983, **BRADEN & WRIGHT** estudaram a absorção e solubilidade de 11 reembasadores resilientes: cinco à base de silicone (Flexibase, Simpa, Cardex Stabon, Per-Fit e Molloplast-b) e seis à base de resina acrílica (Coe Super-soft, Palasiv 62, Soft Nobiltone, Virina, Verno Soft e Cole Polymers). As amostras foram imersas em água destilada a $37 \pm 1^\circ\text{C}$, secas com papel absorvente e pesadas. Após a realização das mensurações, e tendo-se atingido o equilíbrio, ou mesmo quando este equilíbrio não foi atingido após períodos extensos de mensurações, as amostras foram levadas a uma estufa a

37±2°C contendo dessecante, e novamente pesadas em diferentes intervalos de tempo, durante 5 anos. Foi verificado que a maioria dos materiais avaliados não alcançou o equilíbrio da absorção de água no tempo estudado. Desta maneira, não foi possível aplicar a teoria de difusão clássica para descrever o comportamento de absorção. O comportamento dos reembasadores de resina acrílica depende do equilíbrio entre a perda do agente plastificante e a absorção de água. As quantidades do material solúvel estão associadas à quantidade e ao tipo do agente plastificante, e à solubilidade do mesmo em água. Nos materiais à base de silicone, verificou-se menor absorção em água por apresentarem aglutinante em sua composição química. Diante os resultados, concluiu-se que o comportamento dos materiais resilientes depende do equilíbrio entre a perda do agente plastificante e a absorção de água.

KAZANJI & WATKINSON, em 1988, avaliaram a porcentagem de absorção e solubilidade em saliva artificial e água destilada de três reembasadores resilientes à base de resina acrílica (Softic 49, Coe Super-Soft e Coe-Soft) e dois à base de silicone (Molloplast-B e Flexibase). Foram confeccionadas seis amostras circulares medindo 45 mm de diâmetro e 1 mm de espessura para cada material. Inicialmente as mesmas foram desidratadas em dessecador a 37°C contendo sílica gel, e pesadas diariamente em uma balança analítica de precisão de 10⁻⁴ gr. A estabilização do peso foi obtida após 48 horas (W1), sendo este considerado como peso inicial. Três amostras foram imersas em saliva artificial (Schellis) e três em água destilada em recipientes separados, à temperatura de 37± 2° C. As amostras foram retiradas dos recipientes após 1 semana, 1 mês, 4 e 8 meses. O excesso de água ou

saliva artificial foi removido com papel absorvente e os pesos novamente registrados como W2. A quantidade do material solúvel perdido foi determinada pela desidratação das amostras em um dessecador, depois de cada ciclo de absorção e solubilidade e os pesos foram registrados como W3. A porcentagem de absorção foi determinada pela diferença entre os pesos W2 e W3, dividida pelo peso inicial W1, e a porcentagem de solubilidade foi determinada pela diferença entre os pesos W1 e W3, dividida pelo peso inicial W1. Os autores concluíram que os reembasadores estudados, com exceção de Molloplast-B, mostraram alta solubilidade e baixa absorção na saliva artificial em comparação com a água destilada.

JONES *et al.*, em 1988, identificaram e quantificaram o lixiviamento de agentes plastificantes em oito reembasadores resilientes: Coe-Comfort, Coe-Soft, Fitt, G-C Soft Liner, Hydrocast, S-R Ivoseal, Veltec e Viscogel. Os agentes plastificantes foram quantificados e identificados por meio de cromatografia gasosa e espectrofotometria. Para avaliar o lixiviado dos mesmos, foram confeccionados discos em material resiliente medindo 4,5-5,0 cm de diâmetro para cada reembasador. Cada disco foi cortado em 6 amostras de igual tamanho, pesado e colocado em um recipiente com 100 ml de água destilada. Três amostras foram denominadas “estáticas” e outras três “cicladas”. A seguir, todos os corpos-de-prova foram armazenados a 37°C. Após uma hora de imersão, os mesmos foram removidos da água, secos e pesados. As amostras “estáticas” foram novamente colocadas em 100 ml de água destilada a 37°C. As amostras “cicladas” de cada material foram submetidas individualmente a uma força e frequência mastigatória (12N, 1Hz) por 5 minutos a 37°C. A água de imersão onde as amostras cicladas permaneceram

imersas assim como o papel de filtro foram avaliados em hexano. Após uma hora, o mesmo procedimento foi realizado nas amostras estáticas. Todas as amostras foram analisadas por cromatografia gasosa. Este procedimento foi repetido durante 6, 24, 48, 72, 168 e 336 horas. A análise química dos líquidos dos oito reembasadores resilientes indicou que seis reembasadores contêm o dibutilphatalato. A simulação do ciclo mastigatório não originou incremento do lixiviado dos agentes plastificantes com exceção do reembasador S-R-ivoseal que contém o dibutilsebacato e 50 % de etanol. Possivelmente o etanol facilitou a liberação do éster plastificante. A perda completa do álcool etílico dos materiais resilientes ocorreu após 24 horas de armazenagem em água a 37°C. O lixiviado dos ésteres plastificantes variou de 0,30mg/g a 8,70 mg/g em 14 dias. Os materiais resilientes que apresentaram os agentes plastificantes com menor peso molecular apresentaram a maior perda destes agentes. De acordo com os resultados obtidos, os autores indicaram que a liberação dos ésteres plastificantes de uma prótese reembasada com material resiliente pode ser 10 a 40 vezes maior que os ésteres absorvidos do meio e dos alimentos.

BROWN, em 1988, descreveu os tipos e as diferentes propriedades dos reembasadores resilientes e condicionadores de tecidos. Os reembasadores resilientes foram classificados em materiais à base de resina acrílica e materiais à base de silicone. Os reembasadores à base de resina acrílica, por sua vez, podem ser subdivididos em 3 subgrupos: sistemas contendo agentes plastificantes lixiviáveis, sistemas contendo agentes plastificantes polimerizáveis e acrílicos de alto peso molecular. Os sistemas contendo agentes plastificantes reduzem a temperatura de transição vítrea. Por isso o acrílico normalmente rígido torna-se borrachoide e resiliente. Como o polietil metacrilato tem uma

temperatura de transição vítrea de somente de 60° C, seus sistemas exigem menos plastificantes. Por outro lado, o polietilmetacrilato alcança uma temperatura de transição vítrea de 105°C, precisando assim de mais agentes plastificantes na sua composição. Entretanto, em ambos os sistemas, o plastificador eventualmente dissolve-se ou lixivia-se nos fluidos orais, diminuindo a resiliência, ficando o reembasador tão enrijecido quanto a própria base da prótese. Os sistemas contendo agentes plastificantes polimerizáveis, como o Softic 49, ficam rígidos na temperatura de ambiente, entretanto, torna-se resiliente quando a temperatura bucal é elevada. Os materiais acrílicos experimentais de alto peso molecular apresentam baixa temperatura de transição vítrea, mas ainda têm o metacrilato químico que permite que sejam manuseáveis como massa e proporcionem adesão durável com a base de resina acrílica. Os reembasadores resilientes à base de silicone, apresentam boa resiliência, mas uma adesão inferior com a base de resina acrílica. Os materiais termopolimerizáveis são um pouco superiores em suas propriedades em relação às formas autopolimerizáveis e inclusive são os que mais se aproximam, até agora, de um material resiliente definitivo. Dentre os condicionadores de tecidos, os agentes plastificantes e o álcool são liberados facilmente. Como resultado, o material torna-se rígido. Sob condições bucais, quando primeiro colocado, o material age com viscoelasticidade, escoando sob uma carga pesada, mas agindo como um coxim resiliente sob cargas súbitas. Deste modo, os condicionadores de tecidos têm sido empregado com êxito como material de moldagem funcional.

Em 1989, **KALACHANDRA & TURNER**, avaliaram a sorção e coeficiente de difusão de água de materiais reembasadores. Neste estudo também foram determinadas as temperaturas de transição vítreas (Tg) através de calorimetria e a composição química dos

mesmos por meio de cromatografia gasosa. Foram confeccionadas amostras medindo 6,45 cm² de diâmetro e 0,1 cm dos seguintes materiais: Truliner, Kooliner e Neotone. Também foram confeccionados modelos de sistemas autopolimerizáveis contendo misturas de metilmetacrilato, poli(etilmetacrilato) com diversas proporções de agentes plastificantes (dibutilphthalato, dietilphthalato e butil palatil glycolato) à 35°C. Para avaliação de sorção de água foram confeccionadas amostras adicionais medindo 1,4 cm de diâmetro e 0,1 cm de espessura que foram imersas em água destilada à 50°C. Posteriormente foram secas, desidratadas à temperatura de ambiente, através do cloreto anidro de cálcio e pesadas periodicamente. Os dados indicaram que as amostras imersas em água aumentaram o peso e atingiram valores que se estabilizaram após vários dias. Com relação à temperatura de transição vítrea (Tg), materiais contendo polibutilmetacrilato requerem menor quantidade de plastificante para amolecerem. Entretanto, materiais contendo polimetilmetacrilato necessitam de maior quantidade de plastificante para diminuir a Tg de 105°C até a temperatura bucal. O ganho de água diminui acentuadamente com o aumento do conteúdo plastificante. Os ésteres plastificantes dibutilphthalato e butilphalatil butil glicolato diminuíram a sorção de água de maneira mais efetiva em comparação com o dietilphthalato. Os autores concluíram que existem vários fatores que podem afetar na maneira como o agente plastificante transporta água dentro do polímero. Um destes poderia ser que a diminuição de forças de atração entre as macromoléculas traria como consequência o aumento do transporte de água.

No mesmo ano, **PARKER & BRADEN** (1989), realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a absorção da água dos reembasadores resilientes. Foram

confeccionados quatro grupos de amostras. A proporção de pó e líquido para o primeiro grupo foi de 1g pó/1ml de líquido. Para os outros três grupos foram de 1,75 g de pó/1ml líquido. O pó utilizado para confecção das amostras foi um copolímero de metacrilato, contendo 80/20 n-butil/etil. O líquido foi constituído por tridecil metacrilato (monômero), dimetacrilato etileno glicol (agente de cadeias cruzadas) e di-2-etilhexilmaleato (agente plastificante). As amostras foram preparadas, a partir da inclusão em gesso, com matrizes finas retangulares e a polimerização foi realizada a 60-75°C por 30 minutos, seguida de 30 minutos a 100°C e 10 minutos de água em ebulição. Terminado o ciclo de polimerização, as espessuras dos corpos-de-prova foram verificadas utilizando-se um micrômetro. Posteriormente, as amostras foram pesadas e armazenadas em recipiente de vidro contendo água destilada à temperatura de 37°C. Em determinados intervalos de tempo, as amostras foram removidas, secas com papel absorvente e pesadas até que a alteração de peso fosse insignificante. De acordo com os resultados, verificou-se que, em comparação com as resinas acrílicas, a absorção dos materiais resilientes foi elevada e prolongada. Isto pode ser explicado pela presença de impurezas solúveis que, em contato com a água diluem-se, criando espaços vazios. Esses espaços são preenchidos por água formando gotículas. As gotículas crescem até que as forças elásticas e osmóticas se equilibrem. Entretanto, o processo de perda de água obedece aos princípios de difusão ($5-7 \times 10^{-8} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$). Conclui-se que, por apresentar uma alta e prolongada absorção de água, os materiais resilientes não podem ser utilizados em longo prazo.

GRAHAM *et al.*, em 1991, estudaram *in vivo* e *in vitro* a perda do agente plastificante de dois reembasadores resilientes, Coe-Comfort e Veltec, ambos constituídos

por poli(etilmetacrilato) e ésteres diferentes. Além disto, o primeiro está constituído por 87,3% de bensilbenzoato, 4,5 % de dibutil phatalato e 8,2 % de álcool etílico, e o segundo por 71,7% de butil palatil butil glicolato, 12,6 % de dibutil phatalato e 15,7 % de álcool etílico. Para o estudo *in vivo*, os reembasadores resilientes foram manipulados, e uma porção de cada material foi reservada para a análise inicial do conteúdo do agente plastificante. A outra parte foi utilizada para o reembasamento de próteses de dez pacientes. Os reembasadores foram distribuídos ao acaso para cada paciente e o tempo de uso foi de 14 dias para Coe-Comfort e 30 dias para Veltec. Posteriormente, uma amostra inicial de cada material e os reembasadores clinicamente usados foram diluídos em acetona para a análise cromatográfica. Para o estudo *in vitro*, foram confeccionadas amostras de 1 mm de espessura para cada material e condicionadas a $37\pm 1^{\circ}\text{C}$ por 45 minutos. As proporções sólido/líquido foram diferentes para Coe Comfort (0,9) e Veltec (1,76). A seguir, três amostras de cada material foram imersas em 200 ml de água destilada a 37°C . Após 1 hora, foram removidas, secas com papel filtro, imersas em novo conteúdo de água e novamente armazenadas a 37°C . A água de imersão em que as amostras ficaram imersas por 1 hora, assim como o papel de filtro foram avaliadas em hexano. Este procedimento foi repetido em períodos correspondentes a 1-6; 6-24; 24-48; 48-72; 72-168 e 168-336 h após a imersão inicial em água para ambos os materiais, e um período adicional de 336-672 h para o material Veltec. Todos os extratos de hexano foram evaporados, desidratados e levados para análise cromatográfica. Os resultados mostraram que a maior perda do agente plastificante ocorreu no estudo *in vivo*. A média de perda de plastificante *in vivo* do material Coe-Comfort após 14 dias foi de 122 ± 58 mg/g, enquanto que, para o material

Veltec, após 30-dias foi de 33 ± 27 mg/g. Os resultados do estudo *in vitro* mostraram médias de $13,4\pm 1,1$ mg/g para Coe-Comfort e $8,47\pm 0,73$ mg/g para Veltec. Os autores concluíram que a perda do agente plastificante do Coe-Comfort foi maior que o Veltec, associado ao baixo peso molecular e à baixa proporção pó/líquido. A perda do agente plastificante foi maior *in vivo*, devido à alta solubilidade deste na saliva em comparação com a água destilada.

KAWANO *et al.*, em 1994, investigaram a sorção de água e solubilidade de 12 reembasadores resilientes em vários intervalos de tempo até completar um ano. Para tanto foram selecionados doze reembasadores resilientes, dentre eles nove foram de tipo polímero ou co-polímero (Durosoft, Super Soft, Pro Tech, Justi Soft, Verno-Soft, Velvesoft, Soft-Pak, Flexor e VinaSoft), dois do tipo silicone (Prolastic e Molloplast-B) e um do tipo fluoroelastomero polifosfazeno (Novus). A sorção e solubilidade foram determinadas de acordo a Especificação nº 12 da ADA. Desta forma, foram confeccionadas 5 amostras em forma de disco, medindo 50 mm de diâmetro x 0,5 mm de espessura para cada material. Os corpos-de-prova foram secos em dessecador contendo sulfato anidrido cálcico até obtenção do peso constante ($\pm 0,5$ mg). A seguir, as amostras foram imersas em 50 ml de água destilada a $37\pm 1^\circ\text{C}$ por um período de sete dias e novamente pesadas para o cálculo da sorção de água. Posteriormente, as mesmas foram recondicionadas a um peso constante e novamente pesadas para determinação da solubilidade. Este processo foi repetido, e os dados de sorção e solubilidade foram coletados nos períodos de 1,3,6 e 12 meses. Os dados da sorção variaram de 0,2 a 5,6 mg/cm² após 1 semana; 0,3 a 12,5

mg/cm² após 1 mês; 0,1 a 22,0 mg/cm² após 3 meses; 0,1 a 13,6 mg/cm² após seis meses; 0,1 a 35,7 mg/cm² após 12 meses. Quanto à solubilidade, os resultados variam de 0,0 a 0,4 mg/cm² após 1 semana; 0,1 a 0,8 mg/cm² após 1 mês ; 0,1 a 1,2 mg/cm² após três meses; 0,0 a 1,9 mg/cm² após 6 meses; 0,2 a 2,3 mg/cm² após 12 meses. Os autores concluíram, que após uma semana, os reembasadores do tipo polímero ou copolímero (Flexor e Durosoft), e os reembasadores de tipo silicone (Molloplast-B e Prolastic) apresentaram valores de sorção concordes com a Especificação N° 12 da ADA. Entretanto, após um ano, somente os materiais à base de silicone apresentaram valores adequados. O Novus (reembasador de tipo fluoroelastomero) foi o único material resiliente que apresentou valores de solubilidade dentro do limite requerido da Especificação nº 12 da ADA.

ARIMA *et al.*, em 1996, avaliaram a sorção de água e solubilidade de uma resina quimicamente ativada em combinação com seis agentes de ligações cruzadas. O pó de polimetilmetacrilato contendo 1,0 % em peso de peróxido de benzoíla e o líquido contendo monômero metilmetacrilato foram utilizados para a confecção de todas as amostras. Os agentes de ligação cruzada utilizados no estudo foram: EGDMA (etileno glicol dimetacrilato); DEGDMA (dietileno glicol dimetacrilato); TriEGDMA (trietileno glicol dimetacrilato); 1,4 –BDMA (1,4-butanodiol dimetacrilato); 1,5-HDMA (1,6-hexanodiol dimetacrilato) e TMPT (trimetilol propano trimetacrilato). Estes agentes foram adicionados ao líquido da resina em concentrações, variando de 20 a 80 % do peso. Além disso, 0,05% em peso de N,N-dimetil paratoluidina também foram adicionados ao líquido. Corpos-de-prova circulares medindo 50 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura foram confeccionados

a partir de matrizes de aço inoxidável. Após a confecção, as amostras foram imersas em água destilada à temperatura de 37 °C durante sete dias. Decorrido este período de tempo, as mesmas foram pesadas e desidratadas em um dessecador a 37 °C até a estabilização do peso. A sorção de água e solubilidade foram calculadas em $\mu\text{g}/\text{mm}^{-3}$ de acordo com a fórmula descrita na ISO (1567). Os resultados constataram que houve diferença significativa na sorção de água com a adição de todos os agentes de ligações cruzadas. Os agentes 1,4-BDMA, 1,6-HDMA, EGDMA e TMPT diminuíram a sorção de água com o aumento das concentrações, entretanto o DEGMA e TriEGMA aumentaram a sorção de água conforme ocorreu o aumento das concentrações. Em relação à solubilidade foi observado que todos os agentes apresentaram a tendência a diminuí-la com o aumento de suas concentrações. Os autores concluíram que a natureza química do polímero afetou diretamente a sorção de água da resina e que os agentes de ligação cruzada diminuem a solubilidade com o aumento de suas concentrações.

Em 2000, **EL-HADARY & DRUMMOND** avaliaram e compararam a sorção de água, solubilidade e resistência de união de um reembasador resiliente à base de silicone e outro à base de resina acrílica, usando duas técnicas de processamento: autopolimerização e processamento em laboratório. Foram utilizados dois materiais: Luci-sof (à base de silicone) processado em laboratório e Permasoft (à base de resina acrílica), sendo autopolimerizável e também processado em laboratório. Para a sorção de água e solubilidade, foram confeccionadas 24 amostras circulares de 45 mm de diâmetro x 1 mm de espessura para cada material. Após o preparo, as amostras foram secas e distribuídas em grupo de oito, que foram ensaiadas após 1, 4 e 6 semanas de sua confecção. Estes grupos

foram subdivididos em dois: a) amostras de uso único, nas quais, após a pesagem, eram descartadas; e b) amostras contínuas, em que, após a pesagem, as amostras voltavam à armazenagem. Os corpos-de-prova foram desidratados em um dessecador contendo sulfato anídrico cálcico e pesados três vezes, por dia, em uma balança analítica de 0,0001 gr de precisão (Denver) até obter a estabilidade do peso. Esta estabilização foi obtida após 48 horas e considerada como peso inicial (W1). Cada grupo contendo oito amostras foi armazenado em 250ml de água destilada, dentro de um recipiente fechado de polietileno a 37°C. Nos períodos de 1, 4 e 6 semanas, as amostras foram retiradas e o excesso de água, removida com papel absorvente e pesadas (W2). A seguir, foram novamente colocadas em um dessecador até obter a estabilização do peso (W3). A sorção de água e solubilidade foram calculadas utilizando-se duas técnicas diferentes. Na primeira, foi utilizada a fórmula descrita por KAZANGI & WATKINSON em 1988 e na segunda, foi utilizada a especificação nº 12 da A.D.A. relacionada aos polímeros para base de prótese. Para resistência de união, foram confeccionadas 16 amostras por grupo. Cada amostra, foi constituída por um bloco de 25 mm diâmetro x 25 mm de comprimento, unida a outra com 3 mm de reembasador resiliente. Oito amostras foram ensaiadas após 48h (controle), e oito após 12 semanas de armazenamento em água a 37°C. A resistência de união foi avaliada em máquina Instron computadorizada (modelo 1125), a uma velocidade de 2mm/min. A superfície de ruptura foi observada visualmente quanto à origem, e classificada como falha adesiva ou coesiva. Quanto à sorção de água e solubilidade, os resultados demonstraram que o Permasoft autopolimerizável e processado em laboratório apresentou maiores valores do que o Luci-sof (processado em laboratório), após seis semanas de armazenamento. Em

relação à resistência de união, não houve diferença estatisticamente significativa para cada material, entre o grupo controle e as amostras armazenadas durante 12 semanas. O reembasador Luci-sof (processado em laboratório) apresentou uma maior resistência de união em comparação com o material Permasoft (autopolimerizável e processado em laboratório). O tipo de ruptura na superfície de união entre reembasador Permasoft e resina acrílica foi de tipo adesiva, enquanto para Luci-sof foi observada uma combinação de falha adesiva e coesiva. O autor concluiu que o material Luci-sof pode proporcionar um adequado uso clínico por possuir uma força adequada de união, além de um baixo nível de sorção de água e solubilidade.

Em 2001, **TORRES LEÓN & RODRIGUES GARCIA** avaliaram o efeito do agente químico de limpeza (Polident) sobre a alteração de peso, rugosidade superficial e a resistência de união de dois reembasadores resilientes temporários (Coe-Soft e Dentusoft) com a resina acrílica para microondas. As amostras de resina (Onda-cryl) foram divididas em 04 grupos, de acordo com o material reembasador recebido e tratamento de imersão: Grupo G1) reembasadas com Coe-Soft e tratadas com Polident; Grupo G2) reembasadas com Coe-Soft e imersas em água (controle); Grupo G3) reembasadas com Dentusoft e tratadas com Polident; Grupo G4) reembasadas com Dentusoft e imersas em água (controle). Para o teste de resistência de união foram confeccionados 48 corpos-de-prova para cada grupo, e para alteração de peso e rugosidade superficial foram utilizados 10 corpos-de-prova. As amostras foram mantidas em saliva artificial por 15 dias à 37° C, imersas uma vez ao dia em Polident ou água e avaliadas em 04 tempos: imediatamente após da confecção, após 24 horas, 7 e 15 dias. Para avaliação da alteração de peso foi utilizada

uma balança analítica de precisão. A rugosidade superficial foi avaliada utilizando-se o rugosímetro Surf Corder com comprimento de onda limite de 0,8 mm, percurso de medição de 2,4 mm e velocidade de 0,5 mm/s. A avaliação da resistência de união foi realizada através de uma máquina de ensaio universal EMIC DL 500, com célula de carga de 100 Kg e com velocidade de 6 mm/min. Após a fratura foi observada a interface de união entre reembasador e resina acrílica, através da lupa esteroscópica de aumento 8x. Os autores concluíram que o Polident acarretou maior alteração de peso entre os reembasadores estudados. A rugosidade superficial destes materiais foi maior na água e a resistência de união não foi alterada com os tratamentos. A grande maioria de falhas ocorridas entre resina acrílica para microondas e os dois reembasadores temporários, no decorrer do tempo, foram do tipo coesivas.

RAHAL & MESQUITA, em 2001, avaliaram a influência das técnicas de polimento (mecânico e químico) sobre a rugosidade superficial, absorção de água e solubilidade de 4 resinas acrílicas ativadas termicamente. Foram confeccionadas 80 amostras, medindo 50 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura divididas em 4 grupos: Grupo 1) resina Clássico - banho de água a $74 \pm 1^\circ\text{C}$ por 9 horas; Grupo G2) resina QC-20 - água de ebulição por 20 minutos; Grupo G3) resina Acron MC - energia de microondas a 500 W por 3 min; Grupo G4) Onda-Cryl – energia de microondas por 3 minutos a 40 % da potencia máxima, 4 min à potência 0 e 3 min a 60 % da potência máxima. Após a polimerização, as amostras receberam acabamento. A seguir foram subdivididas em 2 grupos de polimento: 1) mecânico – pedra -pomes e água com escova macia, branco de espanha e água, em torno de bancada e 2) químico – fluido para polimento em polidora

química. As leituras de rugosidade superficial foram realizadas em rugosímetro Surf Corder. Posteriormente, os corpos-de-prova foram submetidos a uma primeira desidratação, seguida de armazenagem em água destilada a $37 \pm 1^\circ\text{C}$ pelos períodos de: 1h, 1 dia, 1, 2, 3 e 4 semanas. Ao término de cada período, foi realizada a mensuração da absorção da água. Ao final das quatro semanas foi realizada uma segunda desidratação para cálculo da solubilidade. Diante dos resultados conclui-se: o polimento mecânico promoveu rugosidade superficial e o grau de solubilidade foi significativamente menor em resinas acrílicas que o polimento químico, a absorção de água foi inicialmente maior nas amostras polidas quimicamente, mas ao final de 4 semanas, as proporções de absorção para todos os grupos foram semelhantes.

2.2 Resistência de união

AMIN *et al.*, realizaram um estudo piloto em 1981 com objetivo de avaliar as propriedades de união, mecânicas e físicas (tensão, ruptura, desgarramento e compressão), entre quatro reembasadores resilientes e a resina acrílica. Também foram avaliados: os efeitos da água sobre interface - material reembasador e resina acrílica; a união dos materiais resilientes com a superfície rugosa da resina acrílica; e sorção de água e solubilidade dos materiais resilientes. Foram utilizados dois reembasadores à base de resina acrílica (um autopolimerizável-Coe-soft e outro termopolimerizável-Coe-supersoft) e dois à base de silicone (um autopolimerizável-Flexibase e outro termopolimerizável-Molloplast-B). Para a sorção de água e solubilidade foram confeccionadas amostras de 1 mm de espessura, utilizando-se duas placas de vidro com um espaçador entre elas. Após a

confeção, as amostras foram desidratadas em sulfato anidrido cálcico até estabilização do peso (W1), e armazenadas em água a $37\pm 1^\circ\text{C}$. Posteriormente, foram removidas, secas com papel absorvente e pesadas (W2). Posteriormente foram colocadas em um dessecador até obter novamente um peso constante (W3). As porcentagens de sorção de água e solubilidade foram calculadas mediante fórmula matemática específica. Foram confeccionados corpos-de-prova de diferente formato para cada propriedade física e mecânica de união, utilizando-se moldes de aço. As amostras confeccionadas com material resiliente autopolimerizável foram divididas em dois grupos e para as amostras confeccionadas com reembasador termopolimerizável, em três grupos. No primeiro grupo, o material reembasador foi colocado na superfície lisa da resina acrílica, enquanto no segundo grupo, o reembasador foi unido à superfície jateada. Para os reembasadores termopolimerizáveis, os materiais resilientes foram polimerizados simultaneamente com a massa de resina acrílica. Após a confecção, armazenaram-se todas as amostras em água a $37\pm 1^\circ\text{C}$ por 4 meses. Os corpos-de-prova foram avaliados à temperatura de ambiente, utilizando-se um tensiômetro a uma velocidade constante de 2 polegadas/min. A avaliação da interface de união foi realizada através da microscopia eletrônica de varredura (SEM). Foram confeccionadas superfícies planas quadradas de 13 mm x 4 mm de espessura, 2mm correspondendo ao reembasador e os outros 2 mm à resina acrílica. Após a confecção, foram armazenadas em água a $37\pm 1^\circ\text{C}$, por 6 semanas, para sua avaliação. A maior resistência de união foi constatada quando os reembasadores foram polimerizados junto com a massa de resina acrílica. A rugosidade na superfície de resina acrílica originou um enfraquecimento do local de união. A água teve efeito destrutivo sobre a força de união

(reembasador e resina) com ruptura predominantemente adesiva. Conclui-se que as propriedades de união dependem da composição química dos materiais resilientes, propriedades físicas e método de polimerização.

Em 1989, **KHAN *et al.*** comparam a força de adesão entre três materiais resilientes e uma resina acrílica para base de prótese polimerizada por luz visível (Triad). Um dos reembasadores utilizados foi à base de silicone (termpolimerizável-Molloplast-B) e dois a base de resina acrílica (autopolimerizável-Tru-Soft, termopolimerizável-Esscheem). Foram confeccionados blocos cilíndricos em resina acrílica (Triad) de 65 mm de comprimento e 16 mm de diâmetro, seguindo as recomendações do fabricante. Após a confecção, os blocos de foram seccionados na metade utilizando um micrótomo para a obtenção de superfícies de união paralelas. As superfícies foram tornadas rugosas com uma broca redonda nº 8. Posteriormente, essas superfícies foram tratadas com agente de união Triad durante 2 minutos. A seguir as duas metades foram colocadas em uma mufla com um espaço de 3 mm entre elas. Os reembasadores foram manipulados, inseridos no espaço de 3 mm e polimerizados seguindo as recomendações do fabricante. Após a polimerização, os excessos de todas as amostras foram eliminados. Os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a $37\pm 1^{\circ}\text{C}$ até sua avaliação. A resistência de união foi avaliada utilizando uma máquina de ensaio universal com uma velocidade de 4 polegadas por minuto. Também foi determinado o tipo de ruptura na interface de união reembasador e resina acrílica. As amostras foram avaliadas em dois intervalos de tempo: a metade (12 amostras) após 48 horas e a outra metade após 30 dias de armazenamento em água destilada. Foi observado que, após 48 horas de armazenamento, todas as amostras apresentaram falhas coesivas.

Após 30 dias de armazenagem, as amostras confeccionadas com os materiais Tru-Soft e Molloplast-B apresentaram falhas coesivas. Enquanto que, as amostras confeccionadas com o material Esscheem, apresentaram falhas adesivas. Também foi verificado que houve um incremento significativo na força de união do material Tru-Soft, e uma diminuição estatisticamente significativa no material Esscheem após 30 dias de estocagem em água destilada. Para o material Molloplast-B não foi observada diferença significativa entre 48 horas e 30 dias de armazenamento. Os autores concluíram que os três materiais resilientes avaliados apresentaram uma força de união, clinicamente aceitável, com a base de resina acrílica.

POLYZOIS & DENT, em 1992, compararam a resistência de união de três reembasadores resilientes com diferentes composições químicas quando unidos a uma base de resina acrílica polimerizada por meio de luz visível (Triad VLC). Um dos reembasadores utilizados foi polimerizado por luz visível (PERform Soft) e dois por termopolimerização (Novus e Flexor). Os agentes de união utilizados no estudo foram três: agente de união Triad VLC, agente de união Flexor e adesivo granulado PERform. A resistência de união foi avaliada utilizando-se um modelo de transpasse de união. Foi confeccionado um total de 50 amostras, dez para cada reembasador e agente de união. Para a obtenção das mesmas, foram confeccionados moldes, a partir da inclusão em gesso, de dois blocos de resina acrílica (46x13x13 mm). A resina VLC foi manipulada, incluída nos moldes e polimerizada por um lado em unidade fotopolimerizadora Triad II por 6 minutos. A seguir foram removidas, giradas 180° e polimerizadas novamente por 5 minutos. Posteriormente foi aplicado o agente de união da resina VLC, de acordo com as instruções

do fabricante. Os reembasadores Novus e Flexor foram manipulados e incluídos na mufla junto com a resina VLC, previamente polimerizada. O material Novus foi polimerizado a 74 °C por 8 horas e o material Flexor a 100°C por 2 horas. O reembasador fotoativado PERform Soft foi polimerizado por 17 minutos em unidade polimerizadora. Após a polimerização, as amostras foram removidas das muflas e os excessos do material reembasador foram eliminados. Vinte e cinco amostras foram ensaiadas imediatamente após sua confecção e a outra metade, armazenada por quatro meses em água destilada à temperatura de 37±1°C. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de resistência de união, em uma máquina de ensaio Monsanto (Modelo T10), com velocidade constante de 50 mm/min. Os resultados obtidos revelaram que, após quatro meses de armazenamento em água, todos os materiais apresentaram uma redução significativa na resistência de união; o reembasador Novus (termopolimerizável) mostrou a maior resistência de união e ruptura de tipo coesiva; e o agente de união granular PERform apresentou uma maior sensibilidade na água em comparação com os outros agentes. Concluiu-se que todos os materiais resilientes analisados foram aceitáveis para o uso clínico.

AKESI-ILBAY & ILBAY, em 1993, compararam a resistência de união de materiais reembasadores resilientes polimerizados pelo método convencional de banho de água e por energia de microondas. Os reembasadores usados neste estudo foram, um à base de silicone (Molloplast-B-termopolimerizável) e o outro à base de resina acrílica (Getz Soft Oryl-autopolimerizável). Para o material Molloplast-B, foram confeccionadas três tipos de amostras: um com retenção, outro com retenção adicional e um terceiro sem retenção. Para o material Getz Soft Oryl, foram preparados alguns corpos-de-prova, utilizando-se agente

de união e outros, utilizando-se agente de união e retenção. Para cada grupo foram confeccionados blocos de resina acrílica termopolimerizável QC-20 com 10 mm² de secção transversal, que foram cortados em duas partes e posteriormente unidos com 3mm de material resiliente. Para a união pelo método convencional, o material Molloplast-B foi manipulado e polimerizado seguindo-se as recomendações do fabricante (água fervente). Para a união pelo método de energia de microondas, os materiais Molloplast-B e Getz Soft Oryl foram polimerizados 15 minutos a 110 W de potência para cada lado. Foi observado que a força de união do material Molloplast-B variou de 0,94 a 1,29 MPa, enquanto a força de união do material Getz Soft Oryl variou de 0,04 a 0,17 MPa. Em ambos os métodos de polimerização (energia de microondas e método de banho quente), quando foram comparadas separadamente, não houve diferença significativa nas amostras confeccionadas (com retenção, retenção adicional, sem retenção, uso de agente de união e amostras com retenção e agente de união). Entretanto, houve diferença significativa ($p < 0,05$) ao comparar-se os dois métodos de polimerização nos dois materiais resilientes. Diante dos resultados, os autores chegaram às seguintes conclusões: a possível polimerização do material Molloplast-B por energia de microondas. Os mesmos sugeriram a polimerização deste material, com as bases de próteses, por energia de microondas.

No mesmo ano, **ARENA *et al.*** (1993), avaliaram a força adesiva entre cinco reembasadores não resilientes e duas resinas para base de próteses (uma termopolimerizável-Lucitone 199 e outra fotoativada-Triad VLC) através da resistência flexural. Os reembasadores não resilientes foram: dois autopolimerizáveis (Flexacry Hard e Kooliner), dois de polimerização dual - químico e fotoativado (Extraoral e Light Liner) e um

fotopolimerizável (Triad VLC). Foram confeccionados 100 blocos em resina acrílica Lucitone e outros 100 blocos adicionais em resina Triad VLC. Os moldes, para o preenchimento das resinas acrílicas, foram confeccionados a partir da inclusão de matrizes de latão de 2,8x14x64 mm, em material de moldagem de alta viscosidade. Após a polimerização do material de preenchimento, as matrizes foram removidas das muflas. A seguir, as resinas acrílicas foram inseridas nos moldes e polimerizadas de acordo as recomendações do fabricante. Os blocos de resina receberam acabamento com lixas de granulação de 320 e, posteriormente, foram armazenados em água destilada durante 50 horas (especificação nº 12 e 17 da A.D.A.) Decorrido este tempo, foram removidos 10 mm da seção central de cada bloco de resina. Os mesmos foram unidos com material reembasador Triad VLC e divididos em dois grupos: um com agente adesivo e outro sem este agente. Posteriormente, os blocos de resina foram reposicionados nos moldes, o espaço de 10 mm foi preenchido com material reembasador e polimerizado seguindo-se as recomendações do fabricante. A avaliação da resistência flexural foi realizada em uma máquina de ensaio universal, com ensaio de flexão em 3 pontos, célula de carga de 5 KN e velocidade de 1mm/min. Também foi registrado o tipo de fratura, classificada como coesiva e adesiva. Foi constatado que o reembasador Triad VLC com agente adesivo proporcionou a maior força de união com a resina Triad VLC. Também foi verificado que o reembasador Light Liner proporcionou a maior força de reparo com a resina Lucitone 199. O tipo de ruptura de materiais não resilientes, com exceção do material Extoral VLC, foi predominantemente adesiva. Conclui-se que as forças adesivas foram diferentes por causa das diversas composições, tipo de material reembasador e base de próteses.

KUTAY *et al.*, em 1994, avaliaram a força de união do reembasador resiliente Molloplast-B (material termopolimerizável à base de silicone) e de cinco diferentes resinas acrílicas para bases de próteses (Lucitone 199, Pacton, Meliodent, Ivocap e Compresin). Foram confeccionados 72 corpos-de-prova, sendo cada um constituído por dois blocos de resina em forma piramidal, unidos com material resiliente. As resinas foram polimerizadas utilizando-se dois métodos: Grupo 1- as cinco resinas foram manipuladas seguindo as instruções do fabricante e posteriormente foi colocado o material reembasador. Grupo 2- as resinas acrílicas Pacton, Lucitone 199 e Meliodent foram polimerizadas simultaneamente com o material reembasador. As superfícies dos blocos de resina do Grupo 1 foram tornadas rugosas com papel de carbetto de granulação 100, e a seguir foi colocado o material reembasador. Posteriormente todas as amostras foram colocadas em uma unidade polimerizadora com água, durante 2 horas, de acordo com as instruções do fabricante do material Molloplast-B. Decorrido este tempo, as amostras foram armazenadas à temperatura ambiente por 24 horas. Foram avaliadas nove amostras de cada grupo, em uma máquina de ensaio universal com célula de carga de 4900 N e velocidade de 2mm/min. Foi verificada ruptura coesiva quando o reembasador foi processado com as resinas acrílicas já polimerizadas Lucitone 199, Meliodent e Compresin. Entretanto, para as resinas já polimerizadas Pacton e Ivocap, foi observada uma parte de rupturas adesivas e outra, de rupturas coesivas. Foi constatada ruptura adesiva quando o reembasador foi processado com resinas não polimerizadas. Conclui-se que a força de união foi melhor quando se utilizaram resinas já polimerizadas, com superfícies rugosas e tratadas com agente adesivo.

Em 1997, **KAWANO *et al.***, investigaram e compararam a força de união entre seis materiais resilientes e base de resina acrílica de PMMA polimerizada ou não polimerizada, por meio de teste de tração de duas fases. Os materiais investigados foram: Flexor, Prolastic, Super Soft, Molloplast-B, Novus e Vina Soft. Todas as amostras foram preparadas através da inclusão de matrizes metálicas com um espaçador de 3 mm de espessura, em gesso, contido em muflas. Cinco amostras com seção de área medindo 10x10x3mm foram preparadas para cada material, e dois grupos foram estabelecidos. No primeiro grupo, os reembasadores resilientes foram processados contra os blocos de resina acrílica, preparados de acordo com as instruções do fabricante, sendo que a superfície acrílica a ser unida ao reembasador recebeu acabamento com lixa de água nº 240 e o material resiliente foi colocado sobre a superfície acrílica, ocupando o espaço fornecido pela remoção do espaçador metálico; e os reembasadores foram então processados. No segundo grupo, os materiais resilientes foram processados sobre a resina acrílica ainda não polimerizada, e então ambos os materiais foram simultaneamente polimerizados em banho de água quente, seguindo-se as instruções do fabricante. Após a polimerização, as amostras foram demufladas e receberam acabamento convencional. Posteriormente foram avaliadas quanto à resistência à tração, usando-se máquina de teste universal-Instron com velocidade de 2cm por minuto e a resistência de união calculada. Os tipos de falha foram observados em microscópio óptico, sendo as falhas registradas como coesiva, adesiva ou coesiva/adesiva. Os resultados indicaram significativo aumento na resistência de união quando os reembasadores foram processados sobre a resina já polimerizada, exceto para o material Novus que não apresentou alterações, e Vina Soft, cujo valor de resistência

diminuiu. As falhas foram do tipo adesiva/coesiva. Desta forma, os autores concluíram que a força de união pode ser influenciada pelo método de processamento.

AYDIN *et al.*, em 1999, desenvolveram um estudo com o propósito de avaliar a resistência de união de cinco materiais reembasadores e base de resina acrílica. Dois reembasadores não resilientes (um autopolimerizável – Kooliner e outro fotopolimerizável – Triad) e três resilientes (um autopolimerizável: Express, e outros dois termopolimerizáveis: Molloplast-B, Ufigel-P) foram utilizados. A resina termopolimerizável Paladent-20 foi utilizada como base de prótese e como grupo controle. A força de união entre reembasador e PMMA foi avaliada mediante o ensaio de resistência à tensão e a interface de união, através da microscopia eletretrônica de varredura (SEM). Foram confeccionadas 168 amostras para o ensaio de tensão e 24 amostras para o teste de fratura. Após a polimerização e envelhecimento, as amostras foram imersas e armazenadas em água destilada à temperatura de $37\pm 1^{\circ}\text{C}$. As amostras foram retiradas nos seguintes intervalos de tempo 0, 15, 30 e 90 dias para sua avaliação. Os resultados demonstraram que o reembasador resiliente fotoativado Triad mostrou valores próximos ao grupo controle na resistência à tensão, indicando uma forte união entre resina acrílica e reembasador. Também foi observada, através da microscopia eletrônica de varredura, uma adequada adesão durante o processo de envelhecimento. Na análise da SEM, foi verificado que o reembasador resiliente Molloplast-B apresentou a melhor adesão a resina acrílica quando comparado aos outros materiais resilientes. A resistência de união foi modificada enquanto as amostras ficaram armazenadas em água. O grupo controle apresentou aumento na

resistência de união, ao passo que, nos reembasadores não resilientes Triad e Kooliner, houve uma diminuição da resistência com o tempo. Observou-se um diferente comportamento nos reembasadores resilientes Express, Ufigel-P e Molloplast-B. Obtidos os resultados, os autores concluíram que os reembasadores Triad (não resiliente) e Molloplast-B (resiliente) foram os preferíveis para o procedimento de reembasamento. Os materiais resilientes Molloplast-B e Express apresentaram adequados valores de adesão para o uso clínico.

2.3 Métodos de polimerização

Em 1986, **OEGLE *et al***, fizeram um estudo com objetivo de avaliar clinicamente o uso do reembasador fotopolimerizável Triad VLC. Também avaliaram as propriedades físicas, alteração dimensional e adesão bacteriana. Para o estudo clínico (piloto), foram reembasadas, com materiais reembasadores, as próteses totais superiores de oito pacientes e, as próteses removíveis de extremidade livre unilateral ou bilateral de quatro pacientes. O reembasamento das próteses com material reembasador Triad VLC foi comparado ao reembasamento com a resina acrílica termopolimerizável. As propriedades físicas avaliadas (contração de polimerização, resistência à tensão, resistência à tensão diametral, força de união, resistência flexural e módulo de elasticidade) seguiram os parâmetros da especificação nº 12 da A.D.A. para base de próteses. Para avaliar a contração da polimerização, foram confeccionadas amostras utilizando-se matrizes de metal conforme a especificação nº 19 da A.D.A. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C, durante 1 mês, antes de serem avaliadas. Para avaliar a alteração dimensional, foram

utilizadas bases fundidas com marcadores metálicos em 5 posições. As alterações foram registradas após a imersão das bases de próteses em água, por 10 dias. Para avaliar a aderência bacteriana, foram confeccionadas amostras de 4x4x3 mm com três resinas diferentes: resina fotopolimerizável VLC, resina termopolimerizável (Hy-pro Lucitone) e resina autopolimerizável (Biocryl). Para este estudo, foram selecionados o *Actinomyces naeslundii* (microorganismo responsável pela doença bacteriana) e *Streptococcus mutans* (microorganismo responsável pela cárie dental). Os dois microorganismos foram separadamente cultivados, para seu crescimento, em lâmina de resinas acrílica. O esmalte dos dentes bovinos foi usado como grupo controle. As superfícies das resinas foram avaliadas através da microscopia eletrônica de varredura (SEM). As amostras em resina acrílica foram confeccionadas utilizando-se matrizes em gesso especial e processadas, seguindo-se as instruções do fabricante de cada resina. Os resultados das propriedades físicas da resina VLC foram comparados com os resultados das resinas auto e termopolimerizáveis. Esses resultados mostraram valores semelhantes, na contração da polimerização, para os três tipos de resinas. Os valores da resistência à tensão, módulo de elasticidade e alteração dimensional da resina VLC foram superiores em relação aos valores das resinas auto e termopolimerizáveis. Os resultados da força de união da resina Triad, utilizando-se o agente de união, foram inferiores aos resultados obtidos na resina termopolimerizável. A resistência flexural da resina VLC foi menor que as resinas auto e termopolimerizáveis. Quanto à aderência bacteriana, houve uma maior aderência dos microorganismos nas resinas termopolimerizáveis. A superfície da resina VLC mostrou menor densidade e maior irregularidades que as superfícies da resina termopolimerizável. Isto possivelmente foi devido à pressão digital usada na técnica da adaptação ou aos

grânulos de separação. Também foram observados menores microporosidades na superfície da resina VLC, em comparação com as amostras da resina autopolimerizável. Diante dos resultados, os autores concluíram que a resina VLC comparada com a resina autopolimerizável, apresentou melhores propriedades físicas e mecânicas. A vantagem que oferece esta técnica é que elimina o processamento de laboratório.

SMITH & POWERS, em 1991, investigaram a dureza Knoop, resistência transversa, módulo de elasticidade e resistência de união entre quatro reembasadores fotopolimerizáveis (Astron LC, Extraoral, Light Liner e Triad VLC) e resina acrílica para base de próteses. Além disso, a composição química dos reembasadores também foi analisada por meio da cromatografia gasosa e espectrofotometria. Para avaliação da dureza e resistência transversa, foram confeccionadas amostras de 62x65x3 mm, polimerizadas em uma unidade fotopolimerizadora Triad II. Posteriormente, as mesmas foram seccionadas em cinco partes, cada uma medindo 65x10x3 mm, usando-se um disco de diamante em baixa velocidade. A dureza Knoop foi avaliada após a imersão das amostras em água destilada a 37°C durante quatro dias, usando-se microdurômetro a 22°C e carga de 0,97N. A resistência transversa também foi avaliada após o mesmo período de imersão em máquina de teste universal com velocidade de 0,05 cm/minuto, usando-se três pontos de fixação e distância de 50 mm. Para o ensaio de resistência de união, foram confeccionados blocos de resina termopolimerizável (Lucitone 199) através da inclusão de matrizes 62x65x3mm, em gesso, contido em muflas. Os mesmos foram seccionados pela metade e uma das partes foi desgastada. A seguir as duas partes do bloco foram reposicionadas nos moldes. O espaço remanescente foi preenchido com o material reembasador resiliente e polimerizado,

seguindo-se as recomendações do fabricante. Para sua avaliação, as amostras foram seccionadas em cinco partes, cada um medindo 65x10x3 mm. Desta maneira, foram confeccionados cinco corpos-de-prova para cada material resiliente. A resistência de união foi determinada após o mesmo período de imersão das amostras, utilizando-se máquina de ensaio universal, com velocidade de 0,05 cm/mim. Os resultados indicaram que o reembasador fotopolimerizável Triad apresentou um maior valor de dureza Knoop, resistência de união à resina acrílica e resistência transversa, enquanto o reembasador Extraoral apresentou valores mais baixos que os desejados, podendo este fato estar associado à sua incompleta polimerização. Os autores concluíram que as propriedades dos reembasadores estão relacionadas à sua composição.

Em 1991, **MC KINSTRY** descreveu uma técnica para o processamento do material resiliente à base de silicone (Molloplast-B), através da polimerização por energia de microondas. Nesta técnica foi utilizada uma mufla específica para a polimerização em forno de microondas. Foi observado que a polimerização do material reembasador por energia de microondas, reduziu a deformação das bases das próteses. Esta redução na deformação das bases é determinada pela não necessidade de colocar material reembasador em água fervente. Comparando-se este método, com o método convencional, o tempo de polimerização foi menor. Assim, permite-se ao dentista a oportunidade de realizar o reembasamento das próteses em uma única seção. Esta técnica é simples e não necessita de equipamentos especiais de laboratório.

Com o propósito de avaliar a alteração dimensional de bases de próteses após processo de reembasamento, **SADAMORI *et al.***, em 1995, realizaram um estudo utilizando cinco resinas acrílicas (uma termopolimerizável, duas autopolimerizáveis, uma para microondas e a última polimerizada por luz visível) como material reembasador. Para tanto, foi confeccionado um dispositivo de metal simulando a seção posterior de uma maxila edêntula. A partir da moldagem desse dispositivo, foram confeccionados 30 modelos de gesso sobre os quais foram construídas bases de prótese, com espessura de 3,0 na região do rebordo alveolar e 1,5 mm nas demais regiões. Após o processamento, todas as bases de prótese foram armazenadas em água durante 02 semanas e então divididas em cinco grupos, de acordo com o material reembasador e o reembasamento foi então realizado de acordo com as instruções do fabricante de cada resina. A alteração dimensional das bases de prótese reembasadas foi determinada pela medida da distância entre a superfície do modelo metálico e a base das próteses reembasadas em 10 posições, usando-se microscópio mensurador. As medidas foram realizadas imediatamente após o procedimento de reembasamento e após 1, 7, 28 e 56 dias de armazenagem em água destilada a 37°C. Verificou-se que a alteração dimensional da base foi influenciada pelos materiais reembasadores e método de polimerização, sendo que a resina termopolimerizável apresentou menor alteração dimensional e melhor estabilidade quando comparada aos outros materiais e métodos.

BAYSAN *et al.*, em 1998, realizaram um estudo com objetivo de verificar o efeito da polimerização por energia de microondas, sobre a energia de ruptura e propriedades

adesivas do reembasador resiliente, à base de silicone (Molloplast-B). Para o teste de energia de ruptura, as amostras foram obtidas a partir da inclusão de matrizes de 0,5x10x50 mm, em gesso pedra, utilizando-se a mufla para microondas. Um estudo piloto mostrou que o uso de forno convencional a 650 Watt de potência por 3 minutos, gera suficiente energia para polimerizar o reembasador resiliente Molloplast-B. Foram confeccionadas três grupos de amostras, cada um com dez corpos-de-prova e polimerizados por 3, 5 e 10 minutos. Um quarto grupo também constituído por 10 amostras foi termopolimerizado conforme as instruções do fabricante. Os corpos-de-prova foram avaliadas em máquina de tensão à velocidade de 500mm/minuto com carga de 1 N. Avaliaram-se as propriedades adesivas do material resiliente, através do teste de rasgamento. Foram confeccionadas novas amostras a partir da inclusão de matrizes de 75x25x5 mm, em gesso, utilizando-se mufla para microondas. Os corpos-de-prova foram constituídos por 2 mm de material resiliente Molloplast-B e 3 mm de resina acrílica para microondas. Foram polimerizadas dez amostras por energia de microondas a 650 W por 3 minutos, e outras dez amostras foram termopolimerizadas, seguindo-se as instruções do fabricante (grupo controle). O ensaio foi realizado em equipamento de tensão, à velocidade de 500mm/minuto. Quanto à energia de ruptura, constatou-se diferença significativa entre os três minutos de polimerização por energia de microondas e o método termopolimerizável convencional. O tempo de três minutos de polimerização por energia de microondas revelou um material com maior resistência à ruptura, em comparação com cinco e dez minutos de polimerização ($p < 0,05$). Para o teste de adesão, houve diferença estatística significativa entre o método por energia de microondas e o termopolimerizável convencional. Todas as amostras apresentaram falhas coesivas. Os autores concluíram que a energia de microondas não altera a resistência

do material reembasador e sua adesão à resina acrílica. Os mesmos sugeriram o uso de 3 min a 650 W de potência para a polimerização do material resiliente à base de silicone.

POLYZOIS *et al.*, em 2000, avaliaram a eficiência de polimerização de oito materiais reembasadores: quatro fotopolimerizáveis (dois não resilientes-Triad VLC, Rebaron LC e dois resilientes – PERform, Lite Line) e quatro de polimerização dual (dois não resilientes –Light Liner, Astron LC e dois resilientes –Light Liner, Astron LC). Foram confeccionados três grupos A, B e C, cada um constituído por cinco amostras de cada material. No Grupo A, foi utilizado como referência, a mistura de pó e líquido ou pasta não polimerizada dos materiais resilientes. O Grupo B subdividiu-se em dois: um subgrupo constituído por amostras imediatamente polimerizadas em unidade fotopolimerizadora extraoral, e outro subgrupo, por amostras fotopolimerizadas e armazenadas por uma semana, em ausência de luz e condições secas a $37 \pm 1^\circ\text{C}$. O Grupo C foi constituído por amostras que simulam as condições clínicas. As amostras deste grupo foram inicialmente polimerizadas em uma fotopolimerizadora intraoral por 2 minutos, atravessando uma base de prótese de 2,5 mm de espessura. Posteriormente, estas amostras foram submetidas a uma polimerização adicional em unidade fotopolimerizadora extraoral. A eficiência da polimerização foi avaliada por meio da espectroscopia. Verificou-se que os reembasadores de polimerização dual não mostraram diferença significativa entre a superfície superior e inferior, imediatamente após polimerização, entretanto, houve diferença entre os reembasadores fotopolimerizáveis. A maioria dos reembasadores apresentou uma redução percentual de ligação dupla de carbono, em ambas as superfícies, após uma semana de armazenagem em ausência de luz e condições secas. A polimerização dos materiais fotoativados atravessando a base de prótese

induziu a redução da quantidade residual de ligação dobre de carbono, entretanto este efeito não foi observado em reembasadores de polimerização dual. Os autores concluíram que os reembasadores de polimerização dual possuem vantagens sobre os reembasadores fotopolimerizáveis, sendo uma destas a eficiência da polimerização.

2.4 Efeito da termociclagem sobre as propriedades dos reembasadores resilientes

Em 1991, **QUDAH *et al.***, investigaram o efeito da termociclagem sobre a dureza de seis reembasadores resilientes: dois polímeros plastificados (Vertex Soft e Coe Soft), dois elastômeros sintéticos (Molloplast-B e Flexibase) e dois condicionadores de tecidos (Viscogel e Coe Comfort). Para confecção das amostras, foram polimerizados 3 mm de espessura de material resiliente unidos a uma base quadrada de resina acrílica termopolimerizável (Trevalon), também de 3mm de espessura. Um grupo de amostras foi armazenado em água a $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ (grupo controle) e outro foi termociclado (grupo experimental). Para confeccionar amostras do material Coe Comfort e Viscogel, uma parede circular de cera foi aplicada sobre a resina acrílica, a fim de proporcionar uma profundidade de 3 mm para o material reembasador. Os materiais foram manipulados segundo as recomendações do fabricante e inseridos no espaço de 3mm. As amostras de cada material foram termocicladas alternando-se banho de 1 minuto em água a $18 \pm 1^{\circ}\text{C}$ e banho de 1 minuto em água a $53 \pm 1^{\circ}\text{C}$. A dureza foi avaliada através de um microdurômetro medindo a profundidade da penetração da ponta ativa do aparelho na superfície do material resiliente. Devido à grande variação na resiliência destes materiais,

não foi possível estabelecer uma carga de penetração comum a todos. As medidas de dureza foram realizadas após 1,7,14 e 28 dias de termociclagem (grupo experimental). Nos mesmos períodos, foram realizadas medidas de dureza no grupo controle de cada material. As amostras termocicladas comparadas com o grupo controle mostraram maior dureza em todos os tempos avaliados. O material Coe Comfort e o Viscogel apresentaram grande resiliência e um aumento na rigidez, em um período curto de tempo, devido à presença de grande quantidade de agente plastificante e álcool etílico em sua composição. Concluiu-se que a termociclagem exerceu efeito prejudicial sobre a resiliência de todos os materiais e os condicionadores de tecidos mostraram uma rápida deterioração à temperatura superior a 50°C.

Em 1993, **DOOTZ et al.**, desenvolveram um estudo com o propósito de comparar as propriedades físicas e mecânicas de 11 reembasadores resilientes antes e depois do envelhecimento acelerado. Os corpos-de-prova foram processados de acordo com as instruções do fabricante, armazenados em umidificador por 24 horas e testados para resistência de união, porcentagem de alongamento, dureza, resistência ao rasgamento e energia de rasgamento, antes de serem submetidos ao processo de envelhecimento. Após esta primeira coleta de dados, novas amostras foram confeccionadas e submetidas ao processo de envelhecimento em equipamento específico. Foi utilizado o ciclo de 900 horas com exposição à luz ultravioleta de xenônio e luz visível, à temperatura de 45°C e 90% de umidade relativa. Um spray de água destilada era dirigido durante 18 minutos sobre as amostras, a cada 120 minutos. Foram utilizados cinco corpos-de-prova de cada material e para cada condição, em dimensões específicas para cada teste. Após este período de tempo,

as amostras foram avaliadas quanto à resistência à tração, em máquina de ensaio universal Instron, a uma velocidade média de 50cm/minuto. O valor percentual de alongamento foi obtido, utilizando-se um extensômetro. A dureza Shore-A foi determinada em durômetro, de acordo com ASTM:D2240-64T. A resistência ao rasgamento foi verificada de acordo com resolução da ASTM D624-54 e a energia de rasgamento foi avaliada através de método específico. Foi constatada uma ampla variação das propriedades físicas dos reembasadores resilientes, e demonstrado que o envelhecimento acelerado afetou severamente as propriedades físicas e mecânicas de vários elastômeros. Nenhum reembasador resiliente mostrou ser superior a outro. Os autores verificaram que, de acordo com os resultados obtidos, poder-se-ia proporcionar ao cirurgião-dentista informações úteis à seleção dos materiais resilientes destinados aos pacientes.

HEKIMOGLU & ANIL, em 1999 estudaram a resistência à tração, porcentagem de alongamento e dureza antes e após simulação de envelhecimento de cinco reembasadores resilientes (Ufigel L, Ufigel P, Simpa, Molloplast-B e Flexor). Para avaliação da dureza foram confeccionadas cinco amostras com 1 cm de espessura para cada reembasador, sendo avaliadas em microdurômetro Shore-A. Para avaliação da resistência de união e porcentagem de alongamento, também foram elaboradas cinco amostras (89 x 3 x 3 de seção transversal) para cada reembasador e armazenadas em umidificador, por 24 horas, para posterior avaliação. Para o envelhecimento das amostras foi utilizada uma máquina de ensaio Weather Ometer na qual as amostras foram expostas à luz ultravioleta e luz visível, à temperatura de 43,3 °C. Um spray de água destilada era dirigido durante 18 minutos sobre as amostras, a cada 2 horas. Foi observado maior valor de dureza para as amostras não

envelhecidas do material Molloplast-B, e menor valor para o material Ufigel P. Também foi observado que o envelhecimento acelerado diminui significativamente a dureza para os materiais Molloplast-B e Flexor e aumenta para o material Ufigel P. Em relação a resistência de união, foi observado que o material Flexor apresentou os maiores valores antes e após o envelhecimento, enquanto o material Ufigel P apresentou os menores valores. Os materiais Ufigel P e Simpa mostraram os menores valores de alongamento após o envelhecimento. Os autores sugeriram realizar maiores estudos para avaliar o efeito do envelhecimento acelerado sobre as propriedades dos reembasadores resilientes.

Os mesmos autores, também em 1999, realizaram um estudo para avaliar a sorção de água e solubilidade de materiais reembasadores após tratamento simulado de envelhecimento. Foram avaliados cinco materiais resilientes: três termopolimerizáveis (Flexor, Molloplast-B e Ufigel L) e dois quimicamente ativados (Simpa e Ufigel P). Para cada material, foram confeccionadas dez amostras circulares com as dimensões de 50 mm de diâmetro x 0,5 mm de espessura. A sorção e solubilidade foram determinadas antes e depois do envelhecimento acelerado, seguindo-se a metodologia descrita pela especificação nº12 da A.D.A. Cinco corpos-de-prova foram submetidos à simulação de envelhecimento acelerado, durante 900 horas, em equipamento Weather-Ometer. Este equipamento permitiu a exposição das amostras à luz ultravioleta e luz visível a 110°F, e a um ciclo programado de 18 minutos de spray de água destilada a cada período de 2 horas. Para avaliar a sorção de água, os corpos-de-prova foram desidratados em um dessecador contendo sulfato anidrido cálcico até obtenção de peso constante ($\pm 0,5$ mg). Após este

espaço de tempo, as amostras foram imersas em 50 ml de água destilada à temperatura de $37 \pm 1^\circ\text{C}$, por 15 dias e 30 dias, a seguir foram novamente pesadas, sendo a sorção de água calculada através de fórmula específica. A solubilidade foi determinada após 30 dias de imersão em água destilada, onde as amostras foram recondicionadas em um dessecador, até obtenção de peso constante e novamente pesadas, sendo a solubilidade também calculada por fórmula. Os pesquisadores verificaram que materiais envelhecidos imersos em água, durante 15 dias apresentaram diferentes propriedades de sorção de água. Após o período de 30 dias de imersão, os materiais envelhecidos apresentaram aumento nas propriedades de sorção de água, quando comparados àqueles que não foram submetidos ao processo de envelhecimento. Com relação à solubilidade, todos os reembasadores apresentaram valores abaixo de $0,04 \text{ mg/cm}^2$, sendo que alguns deles apresentaram valores negativos. Estes valores negativos foram ainda maiores para todas as amostras envelhecidas, exceto para o material Flexor.

PINTO *et al.*, em 2002, avaliaram o efeito da termociclagem na deformação permanente e na resistência de união entre quatro materiais reembasadores resilientes e duas resinas acrílicas para bases de prótese (Clássico e Lucitone). Foram utilizados dois materiais reembasadores à base de resina acrílica, uma química ou termicamente ativada (EverSoft) e outra termopolimerizável (Pro Tech), e dois à base de silicone termicamente ativado (Flexor e Molloplast-B). Para o ensaio de resistência de união foram confeccionados blocos em resina acrílica (Clássico e Lucitone) a partir da inclusão de matrizes metálicas (40x10x10 mm) em gesso. As matrizes foram alinhadas na mufla, de

forma paralela utilizando um espaçador de 3 mm de espessura. Posteriormente, as resinas foram manipuladas, inseridas nos moldes e polimerizadas de acordo as instruções do fabricante. Após a polimerização, os blocos de resina acrílica foram reposicionados nos moldes e os três mm foram preenchidos com material resiliente. Para cada material resiliente, foram confeccionadas 40 amostras, sendo 20 com resina acrílica Clássico e outras 20 amostras em resina Lucitone. Cada um desses grupos foi dividido em dois subgrupos: a) 10 amostras foram submetidas a 3000 ciclos térmicos; e b) 10 amostras foram armazenadas em água destilada durante 24 horas (grupo controle). Os corpos-de-prova foram avaliados em uma máquina de ensaio universal EMIC computarizada a uma velocidade de 5 mm/minuto. Para o ensaio de deformação permanente, as amostras foram confeccionadas a partir da inclusão de matrizes cilíndricas (13 mm de diâmetro e 19 mm de altura) em silicone. Também foram confeccionados 40 corpos-de-prova para cada material resiliente, sendo 20 amostras termocicladas e as outras amostras armazenada em água destilada durante 24 horas. A avaliação da deformação permanente foi realizada utilizando um aparelho mecânico, com um marcador analógico graduado em 0,01 mm. Diante dos resultados, os autores concluíram que a termociclagem teve efeito deletério sobre a resistência de união para os materiais Molloplast-B e Pro Tech, e na deformação permanente para os materiais EverSoft e Pro Tech.

2.5 Monômero residual

Em 1978, **JAGGER** analisou o efeito de vários ciclos de polimerização da resina acrílica sobre as propriedades de viscosidade, liberação de monômero residual, dureza e

resistência à tensão. Os corpos-de-prova para os diversos ensaios foram obtidos a partir da inclusão em gesso de matrizes de diferentes dimensões. Para a confecção das mesmas, foi utilizado o polímero da resina acrílica Kallodent 333 e o metilmetacrilato (sem agente de ligação cruzada). As amostras foram polimerizadas, utilizando-se 4 ciclos diferentes: 1) 7 h a 70 °C; 2) 14 h a 70°C; 3) 1 h a 100°C; e 4) 7 h a 70°C + 1 h a 100 °C. Para avaliação da estrutura do polímero, foram confeccionados corpos-de-prova de 38x38x1,6 mm, imersos em ácido nítrico a 80% por 5 segundos, lavados em água e secos. Posteriormente foram examinados e fotografados. Para avaliação da viscosidade, foram diluídos 5 gramas de polímero em 100 ml de clorofórmio. A seguir, a diluição foi colocada em banho de água, à temperatura controlada, junto com solvente puro, e posteriormente avaliada em viscosímetro. Para a avaliação de monômero residual, foram preparados outros corpos-de-prova medindo 60x24x8 mm, que foram cortados em pequenas partes e avaliados através da cromatografia gasosa. No ensaio de dureza, foram fabricadas amostras de 38x38x1,3 mm e armazenadas em água durante 1 mês. Posteriormente, foram avaliadas a 22±1°C e 39% de umidade. As penetrações foram registradas após 15 minutos da aplicação da maior carga. Para resistência à tensão, foram preparadas amostras de 70x50x3 mm com orifício de 4 mm de diâmetro, em cada uma das extremidades. Posteriormente, também foram armazenadas em água durante 1 mês e avaliadas em máquina de ensaio universal. Na avaliação da sorção de água, foram confeccionados corpos-de-prova de 38x38x1,32 mm, que foram desidratados em um dessecador contendo pentóxido de fósforo e imersos em água destilada a 37°C. As amostras foram pesadas a cada 15 minutos na primeira hora, a cada hora nas primeiras 4 horas e, posteriormente, a cada 24 horas até atingir o equilíbrio. Diante dos resultados obtidos, os autores concluíram: a) Não existe correlação entre o ciclo de

polimerização e a estrutura do polímero; b) O ciclo de 7h a 70 °C mais 1 h a 100 °C produziu amostras com maior dureza e resistência à tensão; c) Existe correlação entre a presença de monômero residual, dureza, resistência à tensão e sorção de água. O mesmo constatou que o monômero residual é o parâmetro mais importante para determinação das propriedades avaliadas.

LAMB *et al.*, em 1982, avaliaram a quantidade de monômero residual liberado da resina autopolimerizável e a possível presença de monômero não liberado na água. Foram confeccionados corpos-de-prova seguindo-se as instruções do fabricante nos seguintes formatos: a) discos de 50 mm de diâmetro e 1 mm de espessura; b) cilindros de 3 mm de diâmetro e 150 mm de comprimento e c) tiras finas de 24µm de espessura e 1mm de largura. O tempo de processamento das amostras variou de 5 até 30 minutos e a temperatura, de 22°C a 55°C. Para avaliar a quantidade de monômero dissolvido na água foi utilizado a espectrofotometria. O espectro de absorção do metilmetacrilato foi de 210 nm. Cada disco foi imerso em 50 ml de água destilada e armazenado a 37°C. Após o tempo determinado, 5 ml da água foram retirados para a análise de monômero dissolvido e, posteriormente, a água de imersão foi renovada. Uma única tira de resina foi imersa em 4ml de água destilada, dentro de uma cubeta fechada e colocada no espectrofotômetro à 22°C. Os registros de espectro de absorção foram realizados até que não fosse detectado aumento de monômero na água. Aproximadamente 20 lâminas foram cortadas com um disco e imersas em 100 ml de água destilada em frascos fechados e mantidos a 37°C por 7 dias. O monômero foi avaliado, os cortes recuperados, secos em sílica gel e pesados

diariamente até que não fosse mais detectada perda do peso. Os resultados mostraram que o monômero difunde mais rapidamente em amostras finas de 24 μm do que corpos-de-prova com espessura semelhante às das próteses. A completa difusão (99%) dessas amostras ocorreu em 14 dias a 22°C, e por 7 dias, a 37°C. Também observaram que a quantidade de monômero difundido depende da temperatura de polimerização da resina: a 55°C e a 15 minutos, a liberação de metil metacrilato foi equivalente a 1,6%, enquanto à 22 °C, foi de 4,4 % e em quantidade variável. Os resultados da análise de ressonância elétron spin indicaram um espectro característico para radicais ativos na polimerização de metil metacrilato. A concentração de monômero residual, após a polimerização, é reduzida por dois mecanismos: difusão de monômero e a polimerização adicional.

Em 1985, **STAFFORD & BROOKS**, avaliaram a liberação de monômero residual de seis resinas acrílicas utilizadas para aparelhos ortodônticos. A liberação de monômero residual na resina foi determinada por meio da cromatografia gasosa e a difusão do metilmetacrilato na água, através da espectroscopia. Foram confeccionadas cinco amostras para cada tipo de resina acrílica que, posteriormente, foram armazenadas em água e avaliadas em diferentes intervalos de tempo: após a confecção e após 1, 7, 14 e 28 dias do armazenamento. Para verificar a presença de monômero liberado em água, foram confeccionadas outras amostras de 25x25x3mm, que foram colocadas em recipientes fechados contendo 50 ml de água destilada. A água de imersão das amostras foi avaliada em diferentes intervalos de tempo e substituída. Os resultados revelaram um elevado nível de monômero residual nas resinas ortodônticas. A maior liberação do monômero foi nas

primeiras 24 horas. Os autores concluíram que a quantidade de monômero diminui com o tempo, devido à sua polimerização contínua e à difusão do monômero na água. Assim, aparelhos ortodônticos devem ser imersos em água, antes de serem instalados na boca do paciente. Isto deve ser realizado já que uma grande parte do monômero da superfície é lixiviado e, conseqüentemente, esse monômero remanescente poderia influenciar nas propriedades mecânicas das resinas.

DE CLERK, em 1987, realizou um estudo para avaliar o uso de microondas para a polimerização da resina acrílica. O autor descreveu a seqüência dos procedimentos de confecção de uma prótese utilizando a técnica de microondas. Também abordou uma série de características relativas ao uso desse aparelho. Tais foram as suas conclusões: 1) é permissível a colocação de metal no interior da porção da resina a ser polimerizada em microondas, sem que este impeça ou retarde sua polimerização; 2) uma maior quantidade de resina a ser polimerizada não requer acréscimo de tempo de polimerização; 3) podem ser realizados reparos, havendo adesão satisfatória da nova resina àquela já polimerizada; 4) para evitar a reflexão das microondas as muflas não podem ser metálicas; 5) para a inclusão pode ser utilizado tanto gesso quanto silicone; 6) a polimerização em microondas é afetada pelo volume de gesso e quantidade de água utilizada na inclusão, pela proporção pó/líquido de resina e a condutividade térmica da mufla; 7) os níveis de monômero residual, após polimerização em microondas, são menores que após a polimerização convencional; 8) a resistência ao impacto das amostras polimerizadas em microondas não diferiu estatisticamente das polimerizadas convencionalmente; 9) a técnica de polimerização em microondas tem a grande vantagem de economizar tempo e custos no processamento de

próteses; e 10) este método permite a obtenção de resinas com menor nível de monômero residual e com propriedades físicas semelhantes às polimerizadas pelo método de banho em água quente.

KODA *et al.*, em 1989, investigaram a liberação de monômero de resinas acrílicas odontológicas, mediante a cromatografia líquida. Foi comparada a liberação de monômero, em água destilada, de três resinas representativas de diferentes métodos de polimerização: resina polimerizada em banho de água quente (Acron), resina polimerizável pela energia de microondas (Acron MC) e resina quimicamente ativada. A proporção polímero/monômero e as técnicas de processamento utilizadas na confecção das amostras foram realizadas conforme as instruções do fabricante. Os autores concluíram que o método analítico de cromatografia líquida de alta resolução é favorável para medir a quantidade de monômero liberado das resinas acrílicas. A liberação de monômero depende das condições de polimerização, sendo mais rápida nos primeiros dias e diminuindo com o decorrer do tempo. As resinas polimerizadas por energia de microondas e em banho de água quente apresentaram concentrações muito baixas de monômero residual, enquanto a quimicamente ativada apresentou concentração elevada.

Para verificar a influência da espessura e local na liberação de monômero residual, **SADAMORI *et al.*** em 1994, avaliaram três tipos de resinas polimerizadas por diferentes métodos: banho de água quente (Bio Resin), técnica da resina fluida (Pour resin) e energia de microondas (Acron MC). A partir da inclusão em gesso de matrizes quadradas de cera parafinada de 50x50 mm, foram confeccionados corpos-de-prova com três espessuras

diferentes (0,5; 1,5 e 4,5 mm). As resinas acrílicas foram manipuladas, inseridas nos moldes de gesso e polimerizadas por técnicas diferentes. A resina Bio Resin foi polimerizada em água quente a 70°C por 90 minutos e 30 minutos a 100°C. A resina Pour Resin foi polimerizada em panela de pressão de 3,6 kg/cm² durante 15 minutos a 50°C. A resina Acron MC foi polimerizada por energia de microondas durante 3 minutos a 500 W de potência. Após a polimerização, os corpos-de-prova foram divididos em 25 regiões. Cada região foi colocada em um tubo de ensaio contendo 2,5 ml de metil etil Cetona. Posteriormente, foram armazenadas à temperatura de 4°C por 96 horas. Decorrido este tempo, foram colocados 13 µl de p-xileno e avaliados. A liberação de monômero residual foi avaliada através da cromatografia gasosa. Os resultados revelaram que a espessura das amostras de resina acrílica e os métodos de polimerização influenciaram no nível de monômero residual. Entretanto, não houve diferença significativa em relação ao local do corpo-de-prova examinado. O método de polimerização de resina fluida apresentou maior nível de monômero residual. Não houve diferença significativa quanto à liberação de monômero entre o método de banho de água quente e o método de polimerização por energia de microondas. Os autores concluíram que os níveis de monômero residuais dependem do método de polimerização e da espessura das amostras.

No mesmo ano, **YUNUS *et al.***, compararam o grau de polimerização da resina acrílica para reparo (Meliodent), polimerizada por três métodos diferentes, e avaliada por meio da liberação do monômero residual. Os métodos de polimerização utilizados foram: em bancada, em hidromuflas e por energia de microondas. Também foi avaliada a resistência de reparo da resina acrílica termopolimerizável Trevalon utilizando-se os mesmos métodos

anteriormente mencionados. Para a avaliação do monômero residual, foram confeccionadas cinco amostras de 20x10x3 mm para cada método de polimerização. A polimerização em bancada foi à temperatura de ambiente a 20°C e a polimerização em hidromuflas foi realizada em panela de pressão à temperatura de 35°C e 2,2 bar de pressão, durante 20 minutos. O processamento por energia de microondas foi a 50 Watts por 5 minutos. Após a confecção, as amostras foram armazenadas em água a 37°C. O nível de monômero residual foi avaliado através da cromatografia gasosa, nos períodos de 20 minutos, 1 hora, 1 semana e 1 mês. Para o ensaio de resistência transversa e deflexão, foram confeccionadas amostras adicionais de 65x10x2,5 mm com resina acrílica termopolimerizável Trevalon. A resina foi polimerizada utilizando-se um ciclo de 7 h a 70°C e de 1 hora a 100°C. Logo após da confecção, as amostras foram armazenadas em água por 28 dias. Posteriormente, as mesmas foram fraturadas no meio e um espaço de três mm foi preenchido com a resina Meliodent, seguindo os grupos citados anteriormente. Cada grupo foi constituído por 10 amostras. Após 1 hora de confecção, os corpos-de-prova foram avaliados em uma máquina de ensaio universal Lloyd's. Verificou-se uma maior liberação de monômero residual nas amostras polimerizadas à temperatura de ambiente, e uma menor liberação das amostras polimerizadas por energia de microondas. Não houve diferença significativa nos três grupos em relação ao módulo de elasticidade. Os resultados obtidos sugerem que o monômero residual tem um efeito sobre a força no reparo das amostras, pois os grupos com menor nível de monômero, apresentaram a maior resistência transversa.

KAWAGUCHI *et al.*, em 1996, avaliaram os efeitos da exposição prolongada da luz e da espessura do material reembasador, em relação à quantidade de monômero lixiviado.

Também foram determinadas as condições apropriadas de polimerização para reduzir os níveis dos componentes monoméricos não reagidos. Foram avaliados dois reembasadores não resilientes, um fotopolimerizável (Rebaron LC) e outro quimicamente ativado (Rebaron). O material fotoativado foi manipulado, seguindo-se as recomendações do fabricante e colocado dentro de duas matrizes de latão de 7 mm de diâmetro. Uma matriz de 0,5 mm de espessura foi posicionada sobre uma placa de vidro, e a outra matriz (de cobertura) colocada acima, entre duas laminas de poliéster, 30 µm de espessura. A matriz de cobertura com diferentes espessuras (1,3 e 5 mm) foi utilizada para confecção das amostras e para simular as diferentes profundidades da exposição superficial. Uma lâmina de poliéster e uma lâmina de microscópio foram colocadas sobre a matriz de cobertura. Após a compressão do material, a lâmina de vidro foi removida, enquanto a lâmina de polietileno foi conservada para eliminar o efeito do ar na superfície da resina. Após 10 minutos, o conjunto foi colocado dentro da unidade fotopolimerizadora e polimerizado por diferentes intervalos de tempo (5,10,15 e 30 minutos). Logo após a polimerização, as amostras foram removidas dos moldes e pesadas. A seguir, três amostras de cada grupo foram colocadas em recipientes contendo 10 ml de metanol e armazenadas, em ausência de luz, por 30 dias. O reembasador quimicamente ativado foi colocado no interior de uma matriz de latão de 7mm de diâmetro x 0,5mm de espessura e armazenado por 5 minutos a 37°C. As amostras foram removidas dos moldes, pesadas e avaliadas. A composição química e a liberação de monômero residual foram determinadas através da cromatografia gasosa. Foram identificados três tipos de monômeros no reembasador fotopolimerizável (isobutylmetacrilato, uretanodimetacrilato e trimetilpropano trimetacrilato), e um tipo para o reembasador quimicamente ativado (metilmetacrilato). A exposição prolongada (30

minutos) diminui a quantidade de monômero lixiviado. Os resultados deste estudo indicaram que a quantidade de componentes monoméricos lixiviados aumenta com o incremento da espessura dos materiais.

BRAUN *et al.*, em 1998, constataram *in vitro* a efetividade da energia de microondas na polimerização da resina acrílica em contato com metal. Foram utilizadas duas resinas acrílicas: Acron MC (resina para microondas) e Clássico (resina termopolimerizável convencional). Foram confeccionadas 36 amostras cilíndricas ($30,0 \pm 0,5$ mm de diâmetro e $4,0 \pm 0,5$ mm de espessura), contendo no seu interior uma sela metálica (28 x 8 x 0,5 mm). Os corpos-de-prova foram divididos aleatoriamente em três grupos de acordo com o método de polimerização: a) Grupo G1: resina Clássico polimerizada em ciclo curto; b) Grupo G2: resina Acron MC polimerizada por energia de microondas; c) Grupo G3: resina Clássico polimerizada por energia de microondas. As resinas foram preparadas conforme as instruções do fabricante. O Grupo G1 foi polimerizado com ciclo curto de 3 horas enquanto os Grupos G2 e G3 foram polimerizados em forno de microondas à potência de 500W, durante três minutos. Após a confecção das amostras, estas foram polidas e cortadas em duas partes aproximadamente iguais, com uma cortadeira metalográfica. Uma parte do corpo-de-prova foi utilizada para avaliação do monômero residual, enquanto a outra foi submetida aos testes de dureza e porosidade. Para avaliação do monômero residual, as amostras foram colocadas em frascos contendo 6 ml de água deionizada, e mantidas em estufa a $37 \pm 2^\circ\text{C}$ por 24 horas. Transcorrido este período de tempo, as soluções foram retiradas para a análise do monômero, utilizando-se o espectrofotômetro. Este processo foi repetido a cada 24 horas, até completar 188 horas. A dureza Knoop foi verificada nas

distâncias de 50, 100, 200, 400 e 800 μm da sela metálica. As porosidades interna e externa foram avaliadas a olho nu, e com auxílio de microscópio, com aumento de 100x. Diante dos resultados, concluiu-se que a energia de microondas pode ser utilizada para a polimerização da resina acrílica contendo sela metálica no seu interior. As resinas acrílicas convencionais, quando polimerizadas através de energia de microondas, apresentaram maior quantidade de poros.

NUNES DE MELLO & DEL BEL CURY, em 1999, avaliaram propriedades físico-químicas da resina autopolimerizável polida quimicamente e submetida a um ciclo complementar de polimerização por energia de microondas ou em banho de água aquecida. Os corpos-de-prova foram obtidos a partir da inclusão, em gesso, de matrizes de silicone com diferentes formatos. Para cada ensaio, com resina autopolimerizável Jet Clássico, foram confeccionados quatro grupos com amostras específicas: Grupo G1- as amostras foram submetidas ao polimento mecânico; Grupo G2 - as amostras foram submetidas ao polimento químico com fluido para polimento Poli-Quim; Grupo G3 – após o polimento químico as amostras foram submetidas a um ciclo complementar de polimerização por energia de microondas a 450 W durante 3 minutos; Grupo G4 – após o polimento químico as amostras receberam um ciclo complementar em água a 65°C por 1 hora. Para cada grupo, foram elaborados 10 corpos de prova para liberação de monômero residual, 5 para dureza interna e 10 para resistência transversa. A avaliação do monômero residual foi realizada através da espectrofotometria. Para avaliar a resistência transversa, foi utilizada uma máquina de ensaio EMIC DL 500, com ensaio de flexão em três pontos. A dureza Knoop foi realizada em um microdurômetro, com carga de 25 gramas, aplicada a cada 5 seg.

Diante dos resultados, concluiu-se que o polimento químico aumentou o nível de monômero residual, diminuiu a resistência transversa das resinas e não alterou os valores de microdureza interna. A energia de microondas e a água quente podem ser usados para reduzir os níveis de monômero residual no primeiro dia após a polimerização.

Em 1999, **KEDJARUNE *et al.***, avaliaram a liberação do metilmetacrilato (MMA) em três resinas quimicamente ativadas (Takilon, Tokuso e Meliodent) e três termicamente polimerizáveis (Rodex, Trevalon e Meliodent). Também examinaram a citotoxicidade do MMA nas células humanas. Para isto, utilizaram um teste que avaliou a concentração do monômero liberado na saliva após a incubação, nas primeiras 24 horas e 48 horas. Foram confeccionadas 15 amostras em resina acrílica para cada material: dez para determinar o monômero residual e cinco para quantificar o MMA liberado na saliva. As amostras das resinas acrílicas foram obtidas a partir da inclusão, em gesso, de matrizes plásticas medindo 8x35x3mm. Posteriormente, as matrizes foram removidas e os moldes foram preenchidos com as diferentes resinas acrílicas. Para avaliar a liberação de MMA na saliva, foram recoletados 3 ml de saliva. Para avaliar a citotoxicidade, foi utilizada uma cultura de fibroblastos humanos, obtidos do tecido gengival. A análise da liberação do metilmetacrilato foi realizada através da cromatografia gasosa. Os resultados mostraram que a quantidade de monômero residual não dependeu unicamente do método de polimerização, mas também, da quantidade de monômero na proporção pó/líquido e do método de polimerização. A resina acrílica que apresenta baixo conteúdo de monômero residual libera pouca quantidade de metilmetacrilato, entretanto as resinas com alto conteúdo de monômero residual, não necessariamente, liberam altas quantidades. Também

foi observado que o MMA liberado das resinas acrílicas foi tóxico no cultivo das células. Os autores sugerem a redução da quantidade de liberação de substâncias lixiviáveis das próteses, colocando-as em água antes de seu uso; e também recomendam a não utilizar as próteses durante o sono, pois podem causar irritação da mucosa.

BARTOLONI *et al.*, em 2000, avaliaram o conteúdo de monômero residual das resinas acrílicas polimerizadas por três métodos: 1) polimerização convencional de ciclo longo, 2) polimerização rápida em água em ebulição, e 3) polimerização por energia de microondas. O grau de conversão de monômero a polímero foi determinado por meio da espectrofotometria infravermelha. Foram confeccionadas três amostras para cada resina e método de polimerização, a partir da inclusão, em gesso, de matrizes de cera de 50x50x1mm. A resina Lucitone199® serviu como grupo controle. Foi observado resultado similar para os três métodos de polimerização (Lucitone 199® = 92,7%, Accelar 20® = 90,9% e Acron MC® =92,6%). O grau de conversão da resina Accelar 20® (técnica curta de água fervente) foi estatisticamente diferente ($p<0,05$) dos outros materiais e técnicas de polimerização. Os autores concluíram que a polimerização rápida, em água fervente, pode induzir uma maior resposta adversa aos tecidos orais, em comparação aos outros métodos de polimerização.

3. PROPOSIÇÃO

Levando-se em consideração os relatos da literatura sobre os materiais resilientes, o objetivo deste trabalho foi verificar e comparar *in vitro* as propriedades físico-químicas de dois reembasadores resilientes, à base de resina acrílica, polimerizados por diferentes métodos. O EverSoft processado por energia de microondas ou pelo método de banho de água quente, e o Light Liner polimerizado por luz visível.

As propriedades analisadas foram:

- a) Sorção de água, solubilidade, resistência de união utilizando-se o teste de tração e tipo de ruptura na interface reembasador resiliente e resina acrílica após termociclagem;
- b) Liberação de monômero residual.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais utilizados nesta pesquisa e respectivos fabricantes estão especificados na Tabela 1.

Tabela 1. Descrição dos materiais utilizados no estudo.

Tipo de Material	Nome	Composição	Método de Polimerização	Fabricante
Reembasador Resiliente	Light Liner	☐ Pó: Poli(etilmetacrilato), peróxido de benzoila. Líquido: n-butilmetacrilato, butil platificante, etoxilato bisfenol dimetacrilato, dimetacril paratoluidina, canforoquinona. Barreira de ar: poliol poliester	Polimerização dual (química - luz visível)	Harry J. Bosworth Skokie, III
Reembasador Resiliente	EverSoft	*Pó: Poli(etilmetacrilato) Líquido: dibutilphtalato, acetato de etila, álcool etílico Selante: etilcetona de metila	Química ou banho de água quente	Myerson
Resina acrílica termopolimerizável	Onda-Cryl	*Pó: Copolímero de metil metacrilato e etilacrilato, dibutilpaleoteonina e peróxido de benzoila Líquido: metilmeacrilato, topanól, etileno glicol dimetacrilato.	Energia de Microondas	Clássico Ltda. Art. Odontógicos Brasil

* Informações fornecidas pelo fabricante

☐ Informações fornecidas pelo fabricante e POLYZOIS *et al.*(2000).

4.1 Confeção dos corpos-de-prova

Foram confeccionadas amostras de diferentes formatos e dimensões para os ensaios de sorção de água e solubilidade, resistência de união e liberação de monômero residual.

4.1.1 Sorção de água e solubilidade

Para confeção das amostras para o ensaio de sorção de água e solubilidade foram elaboradas duas matrizes diferentes segundo o sistema resiliente. Para as amostras confeccionadas com material resiliente EverSoft, e polimerizadas pelo método de água quente ou energia de microondas foram fabricadas matrizes circulares em acetato de $50 \pm 0,01$ mm de diâmetro x $0,5 \pm 0,01$ mm de espessura, de acordo com a Especificação nº 12 A.D.A. (Figura 1). A fim de confeccionar amostras constituídas com material resiliente Light Liner, e polimerizadas por luz visível foram elaboradas uma matriz em resina acrílica transparente que contém um molde circular com as mesmas medidas anteriormente mencionadas (Figura 2).

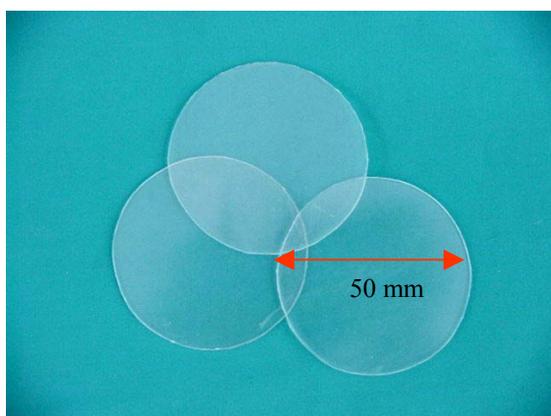


Figura 1: Matrizes circulares em acetato

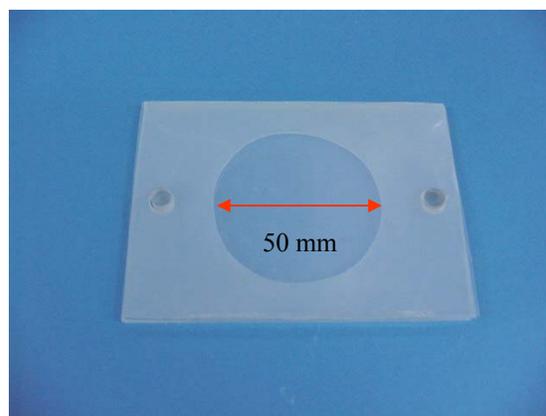


Figura 2: Matriz em resina acrílica

Uma matriz circular em acetato foi incluída em mufla metálica (DCL nº 5,5) ou plástica (GC FRP FLASK HK TYPE) segundo a técnica de polimerização a ser utilizada. A base da mufla foi preenchida com gesso pedra tipo III (Herodent, Vigodent S.A), na proporção de 100 g/30 ml de água, espatulado a vácuo (Multivac – Degussa) durante 60 segundos e vertido sob vibração. Após a presa do gesso, a superfície foi lixada com lixas d' água de granulação decrescente 120, 240 e 320 para obtenção de superfície lisa e plana, e posteriormente pincelada com vaselina sólida. A matriz previamente isolada foi colocada sobre a mesma superfície, posicionando-se em seguida a contramufla preenchida com o mesmo tipo de gesso. Fechada a mufla, a mesma foi levada à prensa hidráulica de bancada (Delta Máquinas Especiais) e mantidas sob pressão de 0,5 tonelada por 1 hora. Após a presa de gesso, a mufla foi aberta, a matriz removida, lavando-se ambas partes do gesso com água e detergente neutro para remoção completa da vaselina. Em seguida, a cavidade do molde foi revestida com uma película de isolante para resina acrílica (Cel-Lac, S.S.WHITE) e o reembasador EverSoft foi proporcionado e manipulado de acordo com as instruções do fabricante. Para tanto, foi proporcionado 10 cc de pó e 4 cc de líquido em um recipiente plástico, realizando-se a mistura com auxílio de uma espátula, por 30 segundos. O reembasador foi então vertido nas cavidades dos moldes das muflas metálicas ou muflas plásticas para microondas. Posteriormente, todas as muflas foram fechadas e colocadas em prensa hidráulica com pressão de 1,25 tonelada durante 1 minuto, sendo em seguida colocadas em prensa de rosca, com exceção das muflas para microondas que foram parafusadas.

Após a prensagem, as muflas metálicas foram colocadas em uma termopolimerizadora (TERMOTRON P-100) contendo água previamente aquecida à 40°C

por 15 minutos. Posteriormente a temperatura da água foi elevada para 60°C, nela permanecendo por 45 minutos as referidas muflas, para sua polimerização. As muflas plásticas foram verticalmente posicionadas no forno de microondas (CONTINENTAL®), no centro do prato giratório e polimerizadas a 600 W de potência durante 4 minutos (Técnica Modificada de BAYSAN *et al.*, 1998). Após a polimerização do material reembasador, as muflas foram submetidas a resfriamento durante 2 horas à temperatura de ambiente. Decorrido este tempo, as muflas foram abertas e as amostras removidas dos moldes e submetidas ao acabamento. Os excessos grosseiros de material foram removidos com auxílio de lâmina de bisturi nº 15. A seguir, as superfícies foram regularizadas com lixas d' - águas de óxido de alumínio em ordem decrescentes (320, 400, 600) de granulação, sob refrigeração, utilizando-se politriz horizontal Arotec Modelo APL-4, até a obtenção das medidas estabelecidas, aferidas por um paquímetro digital de 0,01 mm de precisão (Starret 727).

Para a padronização da espessura das amostras foi utilizado um suporte cilíndrico em aço (RAHAL, J & MESQUITA, 2001) que apresentava na parte superior uma depressão com diâmetro semelhante ao das amostras, permitindo-se desse modo, um encaixe preciso e manutenção da posição, evitando-se seu descolamento em lateralidade. Logo após o acabamento, foram feitas duas aplicações de selante “ Sealler” sobre toda a superfície das amostras do material EverSoft, com intervalo de 15 minutos entre elas (Figuras 3 e 4).



Figura 3: Amostra polimerizada pelo método de banho de água quente.

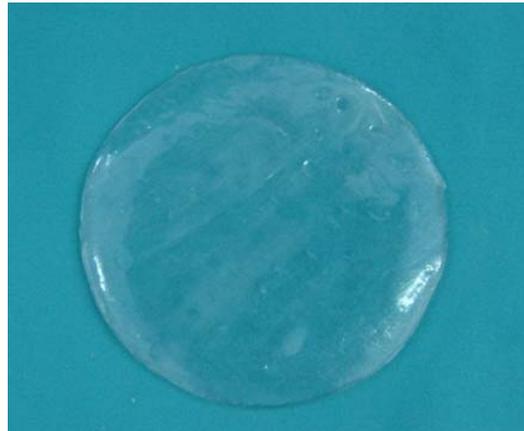


Figura 4: Amostra polimerizada por energia de microondas.

Para a confecção das amostras polimerizadas por luz visível, foi necessária a utilização do dispositivo em resina acrílica transparente (Figura 2). O reembasador Light Liner foi manipulado de acordo com as instruções do fabricante (6 gr de pó/ 4 gr de líquido) e inserido no dispositivo. A seguir uma placa de vidro foi posicionada sobre a matriz preenchida, e o conjunto levado a uma prensa hidráulica a 0,15 de tonelada por 1 minuto. Posteriormente, foi retirada a placa de vidro e o dispositivo foi levado ao fotopolimerizador de luz visível EDG LUX® (Figura 5) por 5 minutos. Decorrido este tempo, as amostras foram retiradas do fotopolimerizador e removidas da matriz de resina acrílica. Em seguida foi colocada uma camada de “Barreira de Ar” sobre toda superfície das mesmas e novamente levadas ao fotopolimerizador por mais 5 minutos. Após a polimerização, os corpos-de-prova foram lavados com água abundante e detergente neutro. Obtidas as amostras, as mesmas sofreram o mesmo processo de acabamento, anteriormente

descrito. A Figura 6 mostra o corpo-de-prova pronto para ser avaliado através do ensaio de sorção de água e solubilidade.



Figura 5: Fotopolimerizador EDG-Lux.



Figura 6: Amostra polimerizada por luz visível.

4.1.2 Resistência de união

Para realizar o ensaio de resistência de união, foi necessária a confecção de blocos em resina acrílica a partir de uma matriz retangular de tecnil nas medidas de 35 x 10 x 10 mm (Figura 7). Esta matriz foi incluída em gesso, no interior de muflas plásticas. Para tanto, o preenchimento da parte inferior da mufla plástica foi realizado de acordo com metodologia descrita no item anterior.

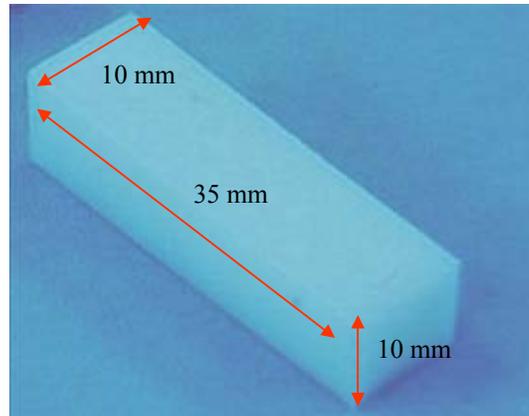


Figura 7: Matriz retangular de tecnil

Seis matrizes de tecnil foram coladas com adesivo à base de cianocrilato (Superbond®) sobre a superfície de gesso e isoladas com isolante para resina (Cel-Lac, S.S.WHITE). Em seguida, a contramufla foi adaptada sobre a mufla, preenchida com silicone polimerizado por reação de condensação Zetalabor (Zhermack) e levada à prensa hidráulica com pressão de 0,5 toneladas durante 5 minutos. Decorrido este tempo, a mufla foi aberta e as matrizes removidas, obtendo-se desta forma as cavidades dos moldes. A base da mufla foi lavada com água e detergente neutro e isolada com isolante para resina (Cel-Lac, S.S.WHITE). A seguir, a resina acrílica Onda-Cryl (Clássico Ltda. Art. Odontológicos) foi preparada conforme as instruções do fabricante (14 cc pó/7 ml líquido). Após a resina ter atingido a fase plástica, foi inserida nos moldes da mufla até seu preenchimento total. A mufla foi então fechada e comprimida lentamente, em prensa hidráulica de bancada, sob pressão de 1,25 tonelada, durante 30 minutos. Decorrido este tempo, a mufla foi parafusada, retirada da prensa e levada ao forno de microondas (CONTINENTAL® de 900 W de potência máxima) na posição vertical, no centro do prato giratório. A resina acrílica foi polimerizada pelo ciclo indicado pelo fabricante. Em

seguida, as muflas foram resfriadas à temperatura ambiente, durante 2 horas e posteriormente abertas, sendo os blocos de resina removidos. Para realizar o acabamento, os blocos de resina foram colocados em dispositivo de aço (TORRES LEÓN, B.L. & RODRIGUES GARCIA, R.C.M, 2001- Figura 8) ajustado e parafusado. O conjunto levado a politriz Arotec APL-4, com lixas d' água com granulação nº 320, até alcançarem as medidas de 9x9mm de área de seção transversal (Figura 9), aferidas por um paquímetro digital, marca Starret 727 de 0,01 mm de precisão. As superfícies que receberam a base resiliente também foram lixadas, na politriz Arotec APL-4, permitindo uniformidade da superfície de união em todos os corpos-de-prova.



Figura 8: Dispositivo em aço para o acabamento dos blocos de resina acrílica.

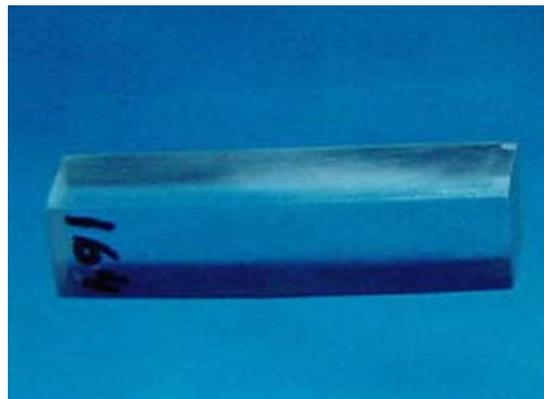


Figura 9: Bloco em resina acrílica polimerizada por energia de microondas.

Com o objetivo de obter os corpos-de-prova para o ensaio de resistência de união, dois blocos de resina foram unidos com material resiliente. Para tanto, a parte inferior das muflas metálicas ou plásticas foram preenchidas com gesso pedra tipo III (Herodent,

Vigodent S.A) da mesma maneira como foi descrita anteriormente. A seguir, os blocos de resina foram alinhados dois a dois de forma paralela utilizando-se um espaçador de resina acrílica de 3 mm de espessura, obtendo-se três amostras por mufla. Posteriormente, os blocos de resina e o espaçador foram colados sobre o gesso, com adesivo à base de cianocrilato (Superbond®). A seguir, a contramufla foi adaptada e preenchida com silicone polimerizada por reação de condensação Zetalabor (Zhermack). A mufla foi fechada e levada à prensa hidráulica até que ocorresse a polimerização do silicone. Posteriormente, esta foi aberta e o espaçador removido. O material resiliente foi então preparado de acordo com as instruções do fabricante e vertido no espaço de 3 mm (Figura 10). Em seguida, as muflas foram novamente fechadas, colocadas em prensa hidráulica durante 1 minuto e polimerizadas de acordo com o método de polimerização. Após a polimerização, as muflas foram submetidas a resfriamento a temperatura de ambiente, por 2 horas, abertas e as amostras removidas dos moldes. O acabamento foi então realizado com lixas d' água de óxido de alumínio em ordem decrescente de granulação (320, 400, 600) sob refrigeração, em politriz horizontal Arotec Modelo APL-4, até alcançarem as medidas estabelecidas, aferidas por um paquímetro digital (Starret 727).

Terminado o acabamento dos corpos-de-prova polimerizados pelo método de banho de água quente ou energia de microondas, foram feitas duas aplicações de selante sobre toda a superfície do material, com intervalo de 15 minutos entre elas (Figura 11 e 12).

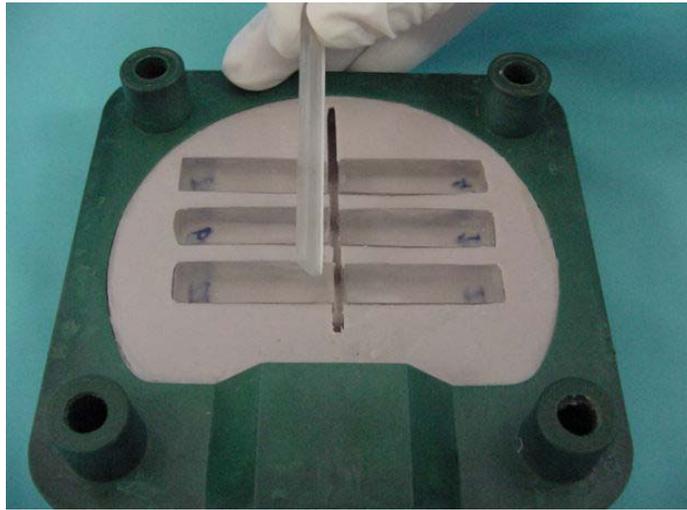


Figura 10: Remoção do espaçador de 3 mm para a inserção do material resiliente EverSoft.



Figura 11: Amostra polimerizada pelo método de banho de água quente.



Figura 12: Amostra polimerizada por energia de microondas.

Para realizar a união dos pares de blocos de resina acrílica com material resiliente Light Liner, os mesmos foram posicionados na base de uma matriz transparente (85x60x20 mm) e separados por um espaçador de resina acrílica de 3 mm de espessura. Removido o

espaçador, o material resiliente foi manipulado e inserido no espaço remanescente de 3 mm (Figura 13). Uma contramatriz foi colocada, ajustada e parafusada, sendo o conjunto levado ao fotopolimerizador EDG Lux, durante 5 minutos. Posteriormente, as amostras foram retiradas do fotopolimerizador e removidas da matriz de resina acrílica. Em seguida foi colocada uma camada de “Barreira de Ar” sobre a toda superfície das mesmas e novamente levadas ao fotopolimerizador por mais 5 minutos. Após a polimerização, os corpos-de-prova (Figura 14) foram lavados com água abundante e detergente neutro, e o acabamento realizado da forma já descrita.

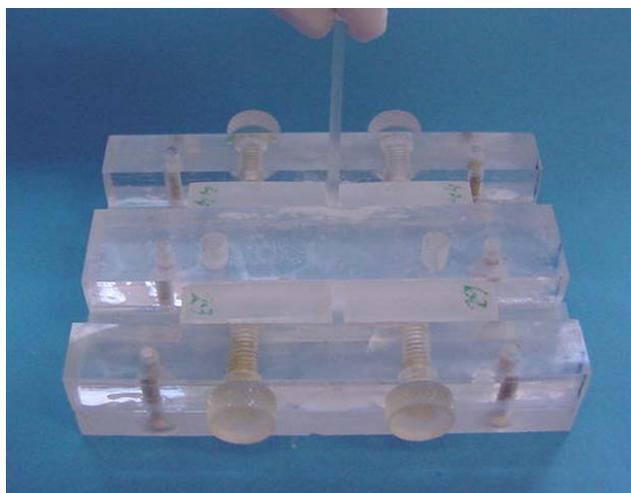


Figura 13: Remoção do espaçador de resina acrílica (3mm) para a inserção do reembasador Light Liner na matriz de resina acrílica.



Figura 14: Amostra polimerizada por luz visível.

4.1.3 Liberação de monômero residual

Para a confecção dos corpos-de-prova necessários à realização do ensaio de liberação do monômero residual também foram elaboradas duas matrizes diferentes,

dependendo do método de polimerização. Para as amostras polimerizadas por energia de microondas ou método de banho de água aquecida, foram feitas matrizes em silicone polimerizados por reação de condensação de consistência densa (OPTOSIL P PLUS, Bayer Dental), em formato de retângulo com as dimensões de 40x10x3 mm (Figura 15). Para as amostras polimerizadas pela luz visível, foi necessária a confecção de uma matriz em resina acrílica transparente (Figura 16), contendo quatro moldes retangulares nas mesmas dimensões.

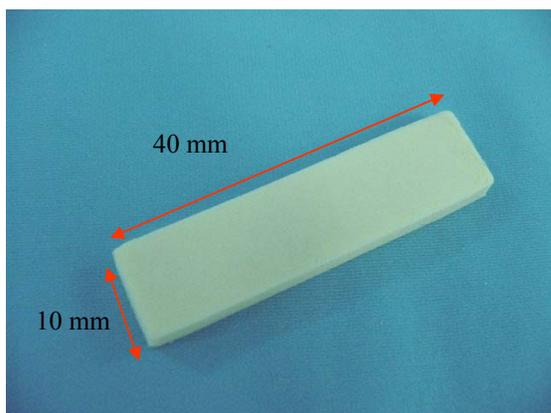


Figura 15: Matriz em silicone

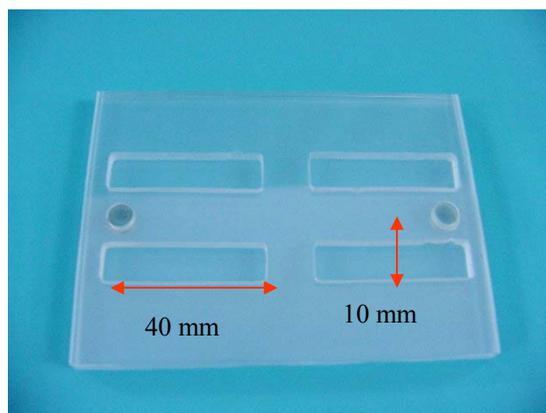


Figura 16: Matriz em resina acrílica

A inclusão das matrizes de silicone, o preenchimento dos moldes com material resiliente EverSoft, a polimerização e o acabamento das amostras polimerizadas por energia de microondas ou banho de água quente foi realizado da mesma maneira, como foi descrita no ensaio de sorção de água e solubilidade (Figura 17 e 18).

Entretanto, para o preenchimento do material resiliente Light Liner, foi necessária a utilização de outro dispositivo em resina acrílica transparente (Figura 16). A manipulação,

polimerização do material reembasador e o acabamento dos corpos-de-prova foram realizados de acordo com procedimento já descrito (Figura 19).

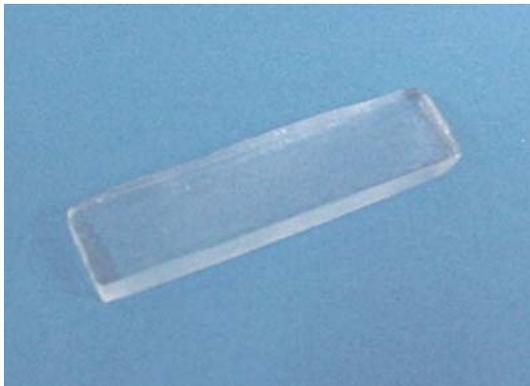


Figura 17: Amostra polimerizada pelo método de banho de água quente.

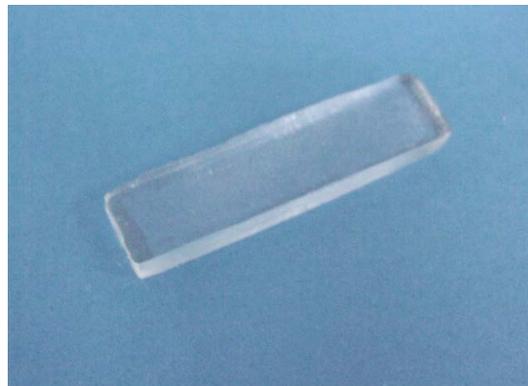


Figura 18: Amostra polimerizada por energia de microondas.



Figura 19: Amostra polimerizada por luz visível.

4.1.4 Divisão dos corpos-de-prova

Foram confeccionados 30 corpos-de-prova para o ensaio de sorção de água e solubilidade separadas em 3 grupos, de acordo com o material reembasador e método de

polimerização. Cada grupo foi composto por 10 amostras. Para o ensaio de resistência de união e monômero residual foram confeccionados 36 corpos-de-prova, para cada teste e separados também em 3 grupos. Cada um com 12 amostras. A Tabela 2 apresenta os grupos das amostras, com sua nomenclatura, reembasador e método de polimerização.

Tabela 2: Divisão dos corpos -de- prova: grupos, nomenclatura, reembasador e método de polimerização.

Grupos	Nomemclatura	Reembasador	Método de Polimerização
1	E-BQ	EverSoft	Banho de água quente
2	E-MC	EverSoft	Energia de Microondas
3	L-LV	Light Liner	Luz visível

4.2 Avaliação da sorção de água e solubilidade

Os corpos-de-prova específicos para este ensaio foram submetidos ao processo de dessecação, seguindo-se a especificação nº12 da A.D.A. Durante o processo de dessecação, com o objetivo de enumerar as amostras circulares ($50 \pm 0,1$ mm de diâmetro x $0,5 \pm 0,1$ mm de espessura) e evitar a colagem das mesmas, foi preparado um fio ortodôntico para fixar em cada corpo-de-prova. Cada fio ortodôntico foi pesado separadamente da amostra em uma balança analítica de precisão (Chyo modelo N°JK-180). O conjunto foi colocado em invólucro de filô (Figura 20), armazenado em um dessecador de vidro (Figura 21), contendo sílica gel e fechado a vácuo em estufa (FANEM-modelo 002 CB) à temperatura de $37 \pm 0,5^\circ\text{C}$, durante 24 horas. Em seguida, o dessecador foi removido da estufa e permaneceu em temperatura controlada em $23 \pm 1^\circ\text{C}$, durante 1 hora. Posteriormente, as amostras foram removidas do invólucro de filô e pesadas em balança

analítica Chyo modelo N°JK-180 com precisão de 1×10^{-4} g. Este procedimento foi repetido até que a diferença de peso de cada amostra fosse menor que 0,5 mg, em um período de 24 horas. Após da estabilização do peso, as amostras foram submetidas a 2000 ciclos térmicos em um termociclador MSCT-3 Plus (Figura 22), alternando-se banho de 1 minuto em água à temperatura de $5 \pm 1^\circ\text{C}$ e banho de 1 minuto em água a $55 \pm 1^\circ\text{C}$. Posteriormente, as amostras foram removidas do termociclador, secas com papel absorvente e novamente pesadas em balança analítica (Chyo modelo N°JK-180). Para avaliar o grau de sorção de água e solubilidade, as amostras foram submetidas a novo processo de desidratação, da mesma maneira como foi descrito anteriormente. A seguir foi aplicada a fórmula descrita por KAZANGI & WATKINSON (1988) & EL-HADARY & DRUMMOND (2000):

$$\% \text{ Sorção} = \frac{(W2-W3)}{W1} \times 100\%$$

- W1: peso inicial da amostra após a primeira dessecação;
- W2: peso da amostra após a termociclagem;
- W3: peso da amostra após a segunda dessecação.

$$\% \text{ Solubilidade} = \frac{(W1-W3)}{W1} \times 100\%$$

- W1: peso inicial da amostra após a primeira dessecação;
- W3: peso da amostra após a segunda dessecação.



Figura 20: Amostra colocada dentro do invólucro de filô.



Figura 21: Estufa para desidratação e armazenagem das amostras.



Amostras

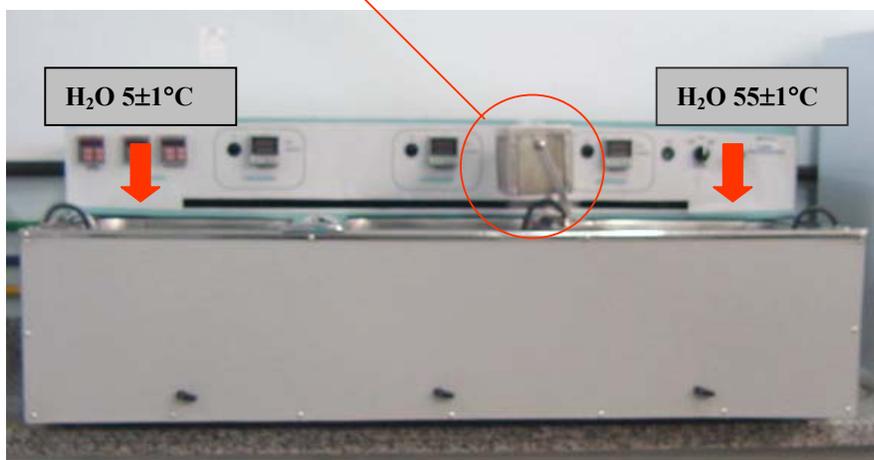


Figura 22: Termociclador MSCT-3 Plus

4.3 Avaliação da resistência de união

Após a confecção das amostras, as mesmas foram submetidas a 2000 ciclos térmicos (Termociclador MSCT-3 Plus), alternando-se banho de 1 minuto em água a $5 \pm 1^\circ\text{C}$ e banho de 1 minuto em água a $55 \pm 1^\circ\text{C}$. Posteriormente, as amostras foram removidas do termociclador, secas com papel absorvente e submetidas ao ensaio de resistência à tração, para determinar a resistência de união entre o reembasador resiliente e a resina acrílica de microondas. Foi utilizada uma máquina de ensaio universal computadorizada EMIC DL 500 MF (Figura 23), com célula de carga de 100 kg e velocidade de 6mm/min (AYDIN *et al.*, 1999). Neste aparelho foram adaptadas duas garras para poder fixar as amostras. O equipamento fornece a força máxima no momento da ruptura, e assim a resistência de união em MPa, foi calculada a partir da fórmula abaixo descrita (KAWANO *et al.*, 1997):

$$\text{Resistência de união} = F / A$$

F= Força máxima no momento da ruptura (Kg)

A = área da seção transversal (mm^2)

Após a ruptura, a interface foi avaliada em lupa estereoscópica Carl Zeiss (Alemanha) com aumento de 8×, e o tipo de ruptura ocorrido foi classificado como: ruptura adesiva, ou seja, quando da separação completa da interface reembasador e resina acrílica; coesiva, quando da ruptura no material reembasador; e mista quando da separação incompleta entre reembasador e resina acrílica (KUTAY *et al.*, 1994).

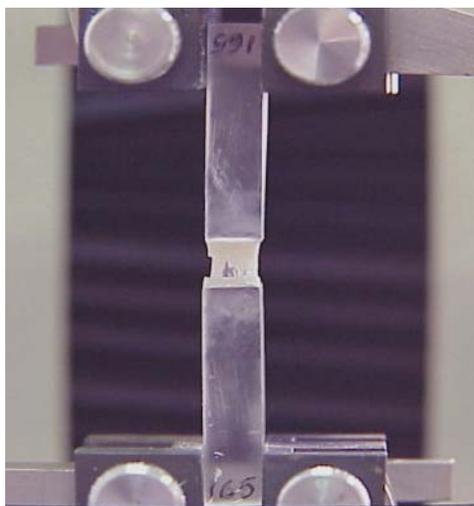


Figura 23: Amostra submetida ao ensaio de resistência de união em Máquina de Ensaio EMIC DL-500.

4.4 Avaliação da liberação de monômero residual

As amostras foram colocadas individualmente em tubos de ensaio contendo 6,6 ml de água destilada, lacrados com parafilme e mantidos em estufa FANEM – modelo 002 CB à temperatura de 37 °C, por 24 horas (Figura 24). Decorrido este tempo, as soluções aquosas foram retiradas para verificação da presença de monômero Metilmetacrilato (G1 e G2) ou Butilmetacrilato (G3), através de espectrofotometria, utilizando-se o espectrofotômetro BECKMAN DU – 70 (Figura 25). Após a leitura, a solução aquosa foi eliminada e as amostras lavadas com água destilada por 10 segundos. Em seguida, os corpos-de-prova foram secos com papel absorvente, novamente colocados em água destilada e levados à estufa a 37 °C. Este procedimento foi repetido diariamente até

completar o tempo de estabilização de liberação de monômero residual (BRAUN *et al.*, 1998 e NUNES DE MELLO & DEL BEL CURY, 1999).



Figura 24: Amostras armazenadas na estufa FANEM – modelo 002 CB.



Figura 25. Espectrofotômetro BECKMAN DU-70.

4.4.1. Espectro de absorção do monômero residual

Para verificar a exatidão do espectro de absorção do Metilmetacrilato ou Butilmetacrilato foram preparadas soluções de $10,0 \times 10^{-4}\%$ v/v a partir de monômero puro Metil metacrilato (SIGMA, lote: 56H3407) ou Butil metacrilato (ALDRICH, lote: 07426AO). Ambas as soluções foram analisadas no espectro de absorção na faixa de 190 nm a 300 nm, no espectrofotômetro BECKMAN DU-70. O resultado mostrou que o Metilmetacrilato apresenta um pico de absorção de 206 nm (Figura 26) e Butilmetacrilato 204 nm (Figura 27), sendo esses os comprimentos de ondas escolhidos para quantificá-los.

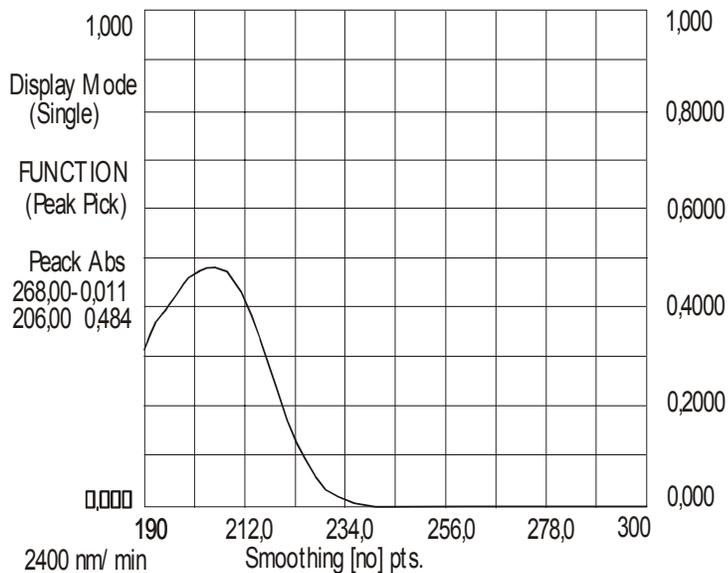


Figura 26: Espectro de absorção do Metilmetacrilato

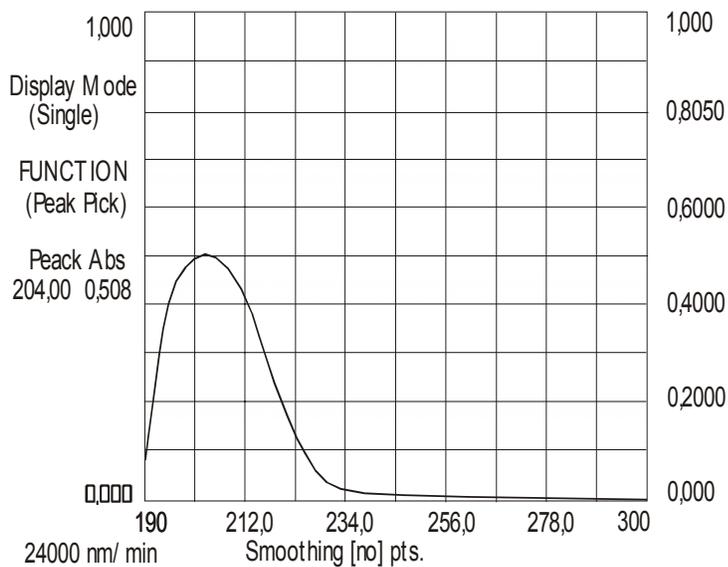


Figura 27: Espectro de absorção do Butilmetacrilato

4.4.2 Curva de calibração do monômero (metilmetacrilato/butilmetacrilato)

Para verificar a exatidão da determinação da curva de calibração, foram preparadas soluções de 1%v/v em água destilada, a partir do monômero puro Metilmetacrilato (SIGMA, lote: 56H3407) ou Butilmetacrilato (ALDRICH, lote: 07426AO). A partir dessas

soluções foram feitas diluições, obtendo-se padrões de concentrações para o Metil metacrilato de: 2,36 $\mu\text{g/ml}$; 4,71 $\mu\text{g/ml}$; 9,43 $\mu\text{g/ml}$; 14,14 $\mu\text{g/ml}$ e 18,86 $\mu\text{g/ml}$ (Figura 28). Para o Butil metacrilato de: 2,23 $\mu\text{g/ml}$; 4,47 $\mu\text{g/ml}$; 8,94 $\mu\text{g/ml}$; 13,41 $\mu\text{g/ml}$; 17,88 $\mu\text{g/ml}$ (Figura 29). Para determinar a linearidade dessa calibração também foi utilizado o espectrofotômetro BECKMAN DU-70.

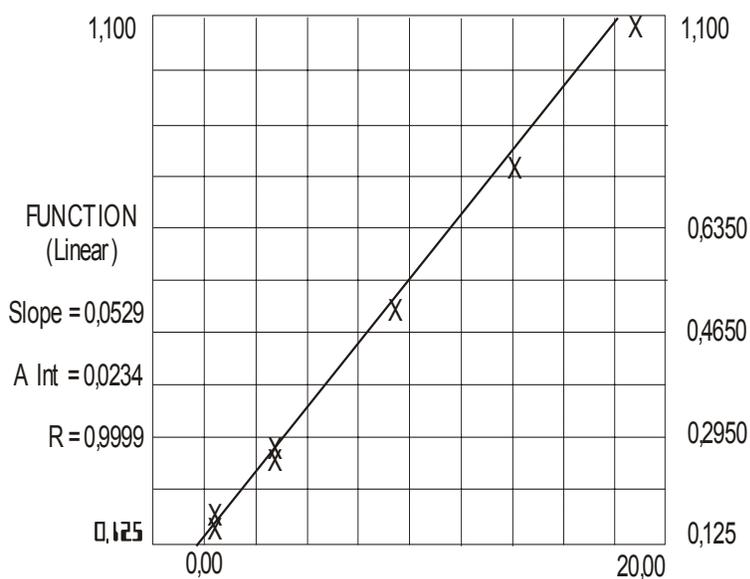


Figura 28: Curva de calibração do Metilmetacrilato.

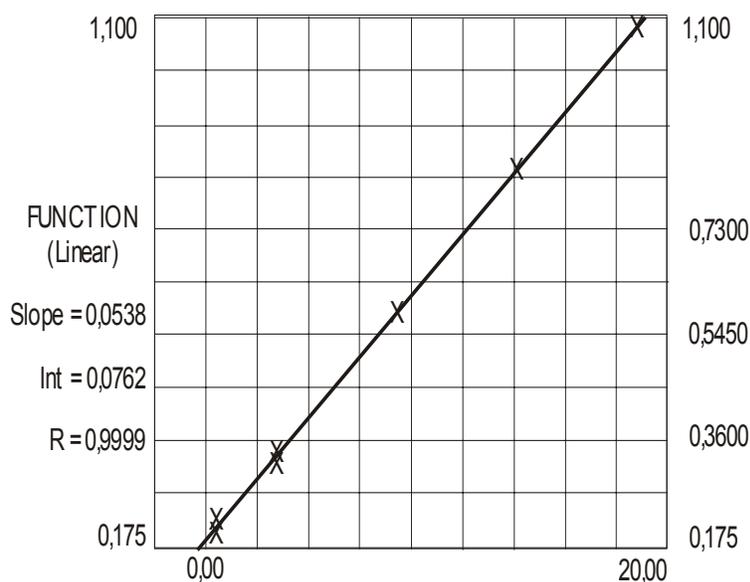


Figura 29: Curva de Calibração do Butil metacrilato.

4.4.3. Determinação da quantidade de monômero liberado

A quantidade de monômero (Metilmetacrilato ou Butilmetacrilato) liberada na água pelos corpos-de-prova foi determinada cada 24 horas, utilizando-se curvas de calibração que foram preparadas 24 horas antes da leitura, a partir da solução 1% v/v, para que tivessem o mesmo tempo e condição de armazenamento das amostras na estufa, à temperatura de 37°C. As leituras foram realizadas para os grupos G1 e G2 a 206 nm, e para G3 a 204 nm em espectrofotômetro BECKMAN modelo DU-70. O cálculo para se determinar a quantidade do monômero na água foi baseado nas curvas diárias de calibração semelhante aos das Figuras 28 e 29. Segue abaixo a fórmula descrita utilizada:

$$\text{Concentração de monômero} = a + b \times \text{absorbância}$$

Onde a = coeficiente linear, igual ao ***A int***

b = coeficiente angular, igual ao ***Slope***

4.5 Análise estatística

Os resultados obtidos para todas as variáveis de sorção de água, solubilidade, resistência de união e liberação de monômero residual foram submetidos à análise de variância e Teste de Bonferroni para a comparação das médias ($p < 0,05$).

A avaliação da quantidade de liberação do monômero residual Metilmetacrilato e Butilmetacrilato em função do tempo foi realizada através da análise de regressão polinomial.

5. RESULTADOS

As médias dos resultados obtidos após a realização dos ensaios de sorção de água e solubilidade (%), resistência de união (MPa) e concentração de monômero residual ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) dos reembasadores resilientes polimerizados pelo método de banho de água quente (G1), energia de microondas (G2) ou luz visível (G3) estão apresentados nas Tabelas 3 a 7 e ilustrados nas Figuras 30 a 36 .

Os valores obtidos para as variáveis estudadas, bem como a análise estatística, estão apresentados no capítulo ANEXOS.

5.1 Sorção de água e solubilidade

A Tabela 3 e a Figura 30 apresentam os resultados obtidos em relação à sorção de água (%) e solubilidade (%) da comparação dos sistemas resilientes polimerizados pelos diferentes métodos.

Tabela 3. Comparação das médias da sorção de água (%) e solubilidade (%) dos materiais reembasadores resilientes polimerizados pelos diferentes métodos.

Grupos	Sorção de água (%)		Solubilidade (%)	
G1 (E-BQ)	2,77±0,65	A	7,26±1,09	A
G2 (E-MC)	2,34±0,82	A	7,77±0,89	A
G3 (L-LV)	2,99±0,88	A	5,32±0,35	B

Médias seguidas por letras maiúsculas distintas diferem entre si ($p < 0,05$).

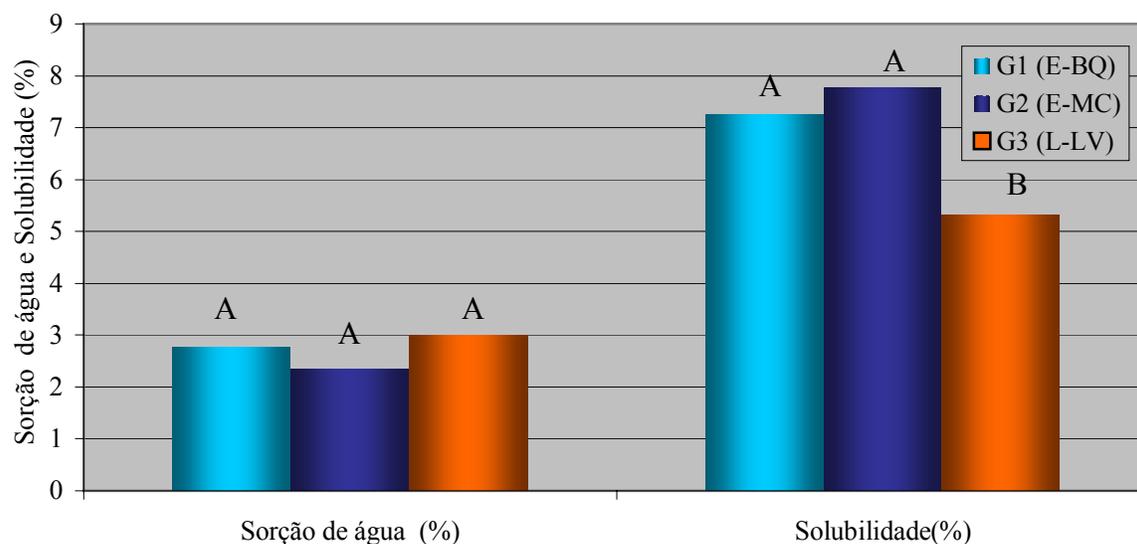


Figura 30. Comparação das médias da sorção de água (%) e solubilidade (%) dos reembasadores resilientes polimerizados pelos diferentes métodos. Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ($p < 0,05$).

Pode ser observado, na Tabela 3 e Figura 30, que não houve diferença estatística significativa ($p > 0,05$) para o percentual de sorção de água entre os sistemas resilientes estudados. Entretanto, observa-se na mesma Tabela e Figura que, com relação à solubilidade, os resultados diferiram ($p < 0,05$) entre os grupos avaliados, sendo que o menor valor de solubilidade foi apresentado pelo material Light Liner polimerizado por luz visível (G3).

5.2 Resistência de união

A comparação dos resultados obtidos entre os sistemas resilientes, referentes ao teste de resistência de união entre os materiais reembasadores e resina acrílica está

apresentada na Tabela 4 e Figura 31. Os valores em porcentagem dos tipos de rupturas ocorridas durante o teste estão demonstrados na Tabela 5 e ilustrados nas Figuras 32 e 33.

Tabela 4. Comparação de médias de resistência de união (MPa) dos materiais reembasadores resilientes quando submetidos aos diferentes métodos de polimerização.

Grupos	Resistência de União (MPa)
G1 (E-BQ)	0,54±0,07 B
G2 (E-MC)	0,67±0,05 A
G3 (L-LV)	0,55±0,05 B

Médias seguidas por letras maiúsculas distintas, diferem entre si ($p < 0,05$).

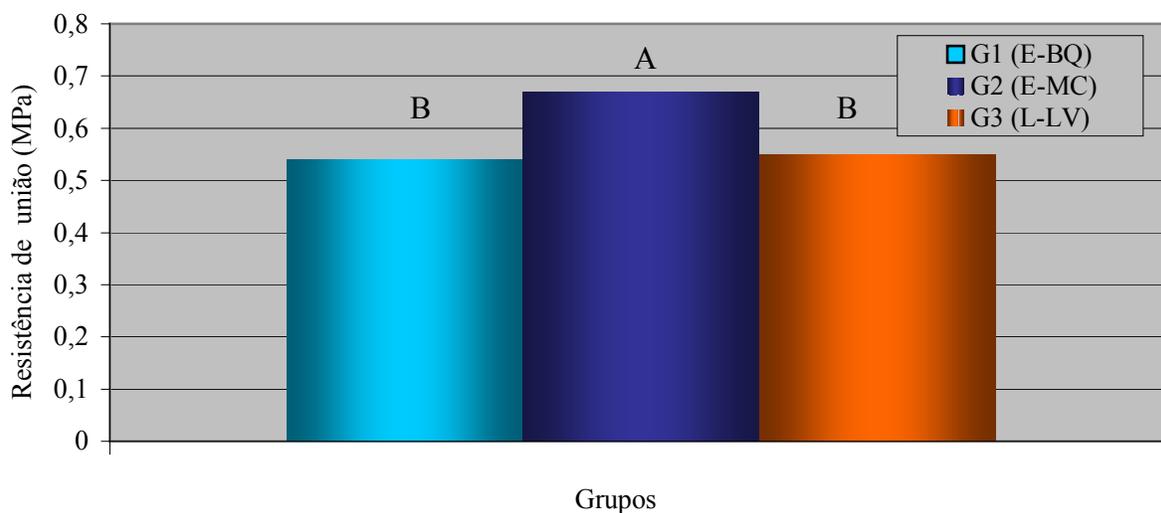


Figura 31. Comparação de médias de resistência de união (MPa) dos reembasadores resilientes polimerizados pelos diferentes métodos. Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ($p < 0,05$).

Observa-se na Tabela 4 e Figura 31 que o grupo polimerizado por energia de microondas (G2) apresentou um valor de resistência de união significativamente maior ($p < 0,05$) quando comparado aos demais grupos, sendo que estes não diferiram entre si.

Tabela 5: Porcentagem de tipos de ruptura ocorridas entre os reembasadores e resina acrílica.

Grupos	Tipos de Ruptura		
	Adesiva	Coesiva	Mista
G1 (E-BQ)	50%	0%	50%
G2 (E-MC)	25%	0%	75%
G3 (L-LV)	25%	0%	75%

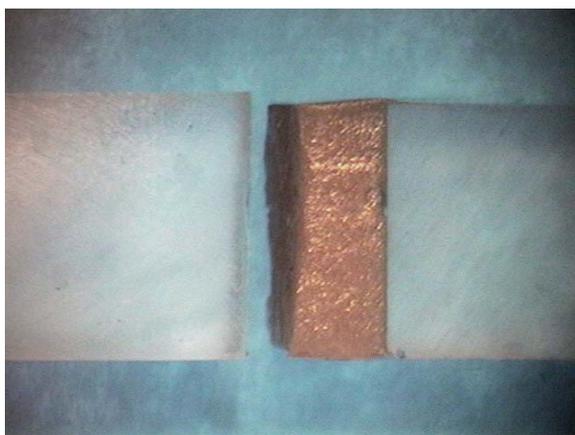


Figura 32: Ruptura tipo adesiva entre reembasador e resina acrílica (aumento 8x).

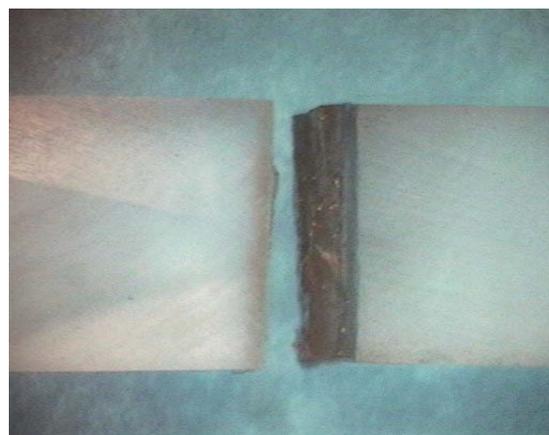


Figura 33: Ruptura tipo mista entre reembasador e resina acrílica (aumento 8x).

Na Tabela 5 e Figuras 32 e 33, observa-se que o reembasador resiliente polimerizado pelo método de banho de água quente (G1) apresentou 50 % de rupturas adesivas e 50 % de rupturas mistas. Entretanto, os grupos polimerizados por energia de microondas (G2) ou luz visível (G3) apresentaram 25 % de rupturas adesivas e 75 % mistas.

5.3 Liberação de monômero residual

Na Tabela 6 e Figura 34 está apresentada a comparação das médias da liberação de monômero residual Metilmetacrilato do material EverSoft polimerizado pelo método de

banho de água quente (G1) ou energia de microondas (G2).

Tabela 6. Comparação das médias da liberação de Metilmetacrilato em água ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) do reembasador EverSoft polimerizado pelo método de banho de água quente (G1) e energia de microondas (G2) nos tempos estudados.

Tempo (h)	Grupos	
	G1 (E-BQ)	G2 (E-MC)
24	0,62±0,02 A	0,66±0,05 A
48	0,41±0,02 A	0,41±0,04 A
72	0,39±0,01 A	0,40±0,04 A
96	0,30±0,02 A	0,29±0,03 A
120	0,30±0,01 A	0,30±0,04 A
144	0,22±0,01 A	0,22±0,03 A
168	0,27±0,01 B	0,25±0,02 A

Médias seguidas por letras maiúsculas distintas, observação na horizontal, diferem entre si ($p<0,05$).

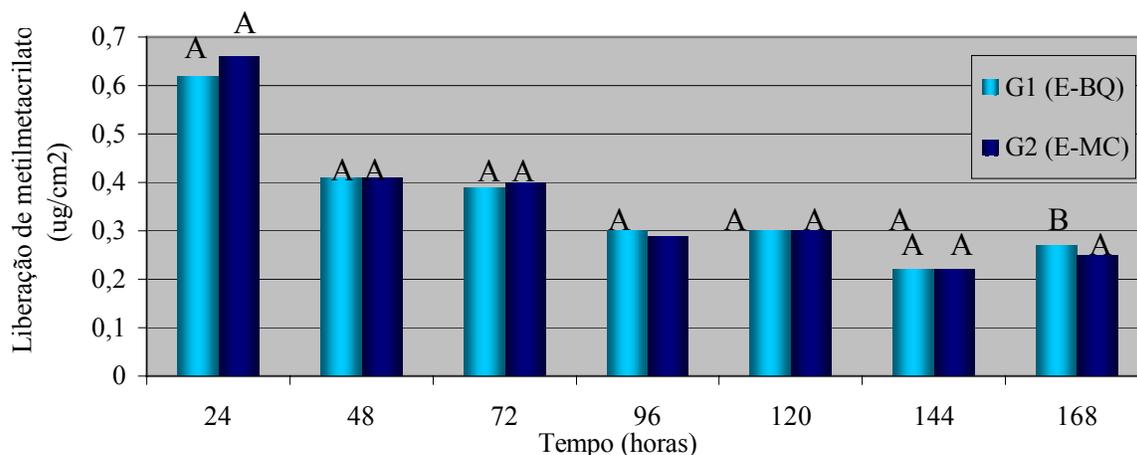


Figura 34. Comparação das médias da liberação de Metilmetacrilato ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) do reembasador Eversoft polimerizado pelos diferentes métodos (G1 e G2). Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ($p<0,05$).

De acordo com a Tabela 6 e Figura 34, houve diferença estatística significativa ($p < 0,05$) na quantidade de monômero residual, entre os métodos de polimerização no tempo de 168 horas. A média da liberação do Metilmetacrilato do grupo polimerizado pelo banho de água quente (G1) foi significativamente maior que a média do grupo polimerizado por energia de microondas (G2). Em todos os demais períodos de tempo não houve diferença estatística significativa.

A Figura 35 apresenta os resultados do efeito do tempo sobre a liberação do Metilmetacrilato ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$). Os dados relativos ao efeito do tempo sobre a liberação do monômero residual Butilmetacrilato ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) do material Light Liner polimerizado por luz visível (G3) estão apresentados na Tabela 7 e Figura 36.

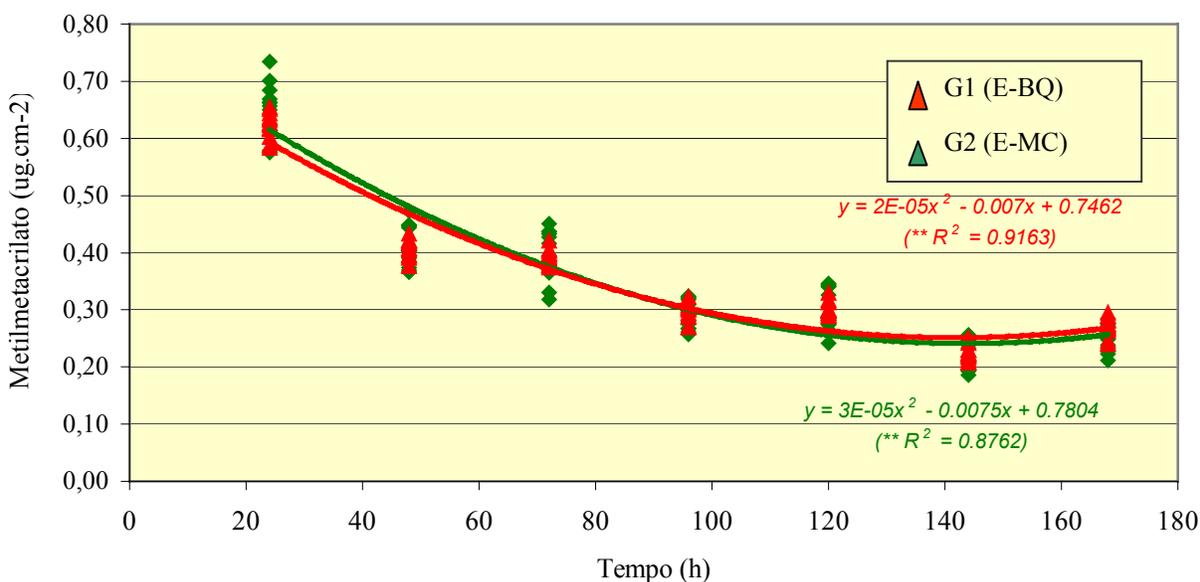


Figura 35. Regressão polinomial para a observação do efeito do tempo sobre a liberação de Metilmetacrilato para o Grupo G1 e G2.

Tabela 7. Liberação de Butilmetacrilato em água ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) do reembasador Light Liner polimerizado por luz visível (G3).

Tempo (h)	Liberação de monômero residual ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)
24	1,04
48	0,99
72	1,02
96	0,73
120	0,69
144	0,74
168	0,68

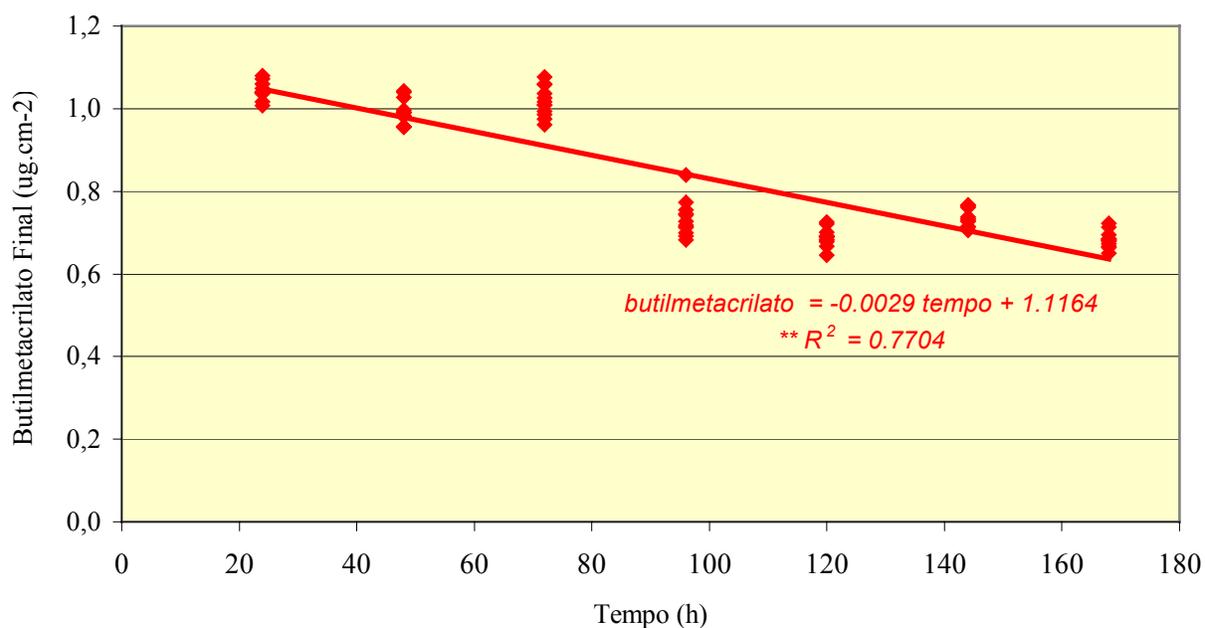


Figura 36. Equação de regressão para o estudo da quantidade de liberação de Butilmetacrilato em função do tempo para o grupo G3.

Ao se observar as Figuras 35 e 36, pode-se verificar que os grupos G1, G2 e G3 apresentaram maior liberação de monômero nos primeiros dias e que houve um decréscimo

com o tempo. Na figura 35, observa-se que, no reembasador EverSoft polimerizado por energia de microondas (G2) e banho de água quente (G1), a liberação de monômero residual tende a se estabilizar às 96 horas. Enquanto na Tabela 7 e Figura 36, verifica-se que, no reembasador polimerizado por luz visível (G3), a liberação continuou diminuindo com o decorrer do tempo.

6. DISCUSSÃO

Os reembasadores resilientes são até o momento o material mais adequado para proporcionar conforto aos pacientes com alterações nos tecidos de suporte (CRAIG *et al.*, 1997). Neste estudo foram avaliados dois materiais resilientes, à base de resina acrílica, polimerizados por métodos diferentes (banho de água quente, energia de microondas ou luz visível), após o envelhecimento acelerado mediante a termociclagem. Devido à inexistência de especificações para se determinar a quantidade de ciclos térmicos a que devem ser submetidos os materiais resilientes, foi tomada como referência a quantidade de refeições diárias. Um indivíduo geralmente faz seis refeições por dia, ou seja, seis choques térmicos. Desta maneira, as amostras foram submetidas a 2000 ciclos térmicos que equivalem aproximadamente, à simulação de um ano de uso do reembasador resiliente.

Os reembasadores analisados foram o EverSoft e o Light Liner. Segundo as instruções do fabricante, o primeiro reembasador pode ser processado quimicamente ou através de banho de água quente, enquanto o segundo é polimerizado por luz visível. Foi observada em diversos estudos a polimerização utilizando-se a energia de microondas em matérias não resilientes, obtendo-se resultados satisfatórios, comparados com os obtidos através do método convencional de banho de água quente. Desta maneira, viu-se a necessidade de avaliar o material EverSoft polimerizado por energia de microondas.

Os materiais resilientes, quando são imersos em meio aquoso, sofrem simultaneamente o processo de sorção de água e solubilidade de componentes solúveis como, agentes plastificantes e álcool etílico (SUCHATLAMPONG *et al.*, 1977; BRADEN

& WRIGHT, 1983). A absorção de água ocorre pelo fenômeno de difusão das moléculas do líquido para dentro do material (BRADEN & WRIGHT, 1983). Neste trabalho, verificou-se que não houve diferença nas médias de sorção de água entre os sistemas resilientes utilizados (Tabela 3). Talvez após os 2000 ciclos térmicos, os dois reembasadores resilientes tenham atingido a saturação de água.

AMIN *et al.*, em 1981, encontraram os menores valores de sorção para os reembasadores termopolimerizáveis (1,98 % a 2,21 %), em comparação com os quimicamente ativados, após 6 semanas de imersão em água. Para os reembasadores à base de resina acrílica, KAZANGI & WATKINSON, em 1988, observaram valores percentuais de sorção de água em torno de 4,2% para CoeSupersoft (após 8 meses de armazenagem) e 3,5 % para Softic 49 (após 4 meses de armazenamento em água destilada). KAWANO *et al.*, em 1994, observaram altos valores de sorção de água (1,27-35,65 mg/cm²), nos reembasadores à base de polímero, após 1 ano de imersão em água destilada. EL HADARY & DRUMMOND, em 2000, encontraram valores de sorção de água de 0,23 % e 1,50 % para reembasadores resilientes processados em laboratório após 6 semanas de armazenagem em água destilada. Os valores de sorção de água para os três materiais resilientes, avaliados no presente trabalho, variaram de 2,34 % a 2,99%. Estas divergências de resultados em relação com os outros estudos podem ser atribuídas ao tipo de reembasador resiliente, diferentes métodos de polimerização, tempo de imersão (KAZANGI & WATKINSON, 1988), tipo de agentes plastificantes utilizados (KALACHANDRA & TURNER, 1989) ou ao processo de termociclagem a que foram submetidas as amostras. O envelhecimento acelerado pode alterar os valores de sorção de água nos materiais resilientes como foi constatado por HEKIMOGLU & ANIL em 1999.

A solubilidade ocorre devido à perda dos componentes solúveis, como o agente plastificante (BRADEN & WRIGHT, 1983). No presente estudo (Tabela 3), observou-se que os dois reembasadores resilientes polimerizados pelos diferentes métodos apresentaram altos valores de solubilidade, que variam de 5,32% a 7,77% quando comparados aos resultados de EL-HADARY & DRUMMOND, em 2000. Estes autores obtiveram valores de solubilidade em torno 0,47% a 2,05% para os reembasadores autopolimerizáveis e processados em laboratório, após seis semanas de imersão em água destilada. Possivelmente os elevados valores de solubilidade podem estar associados a perda dos agentes plastificantes de baixo peso molecular (KAZANGI & WATKINSON, 1988) ou ao processo de termociclagem. O envelhecimento acelerado alterou diversas propriedades físicas nos materiais resilientes, como aumento da solubilidade e rigidez observada por HEKIMOGLU & ANIL (1999).

Ainda na Tabela 3, pode-se verificar que o reembasador Light Liner, polimerizado pela luz visível (G3), apresentou significativamente menor solubilidade quando comparado com o material resiliente EveSoft polimerizado por banho de água quente (G1) ou energia de microondas (G2). Estas diferenças talvez tenham ocorrido em função da composição química do líquido dos materiais resilientes ou ao método de polimerização.

Em relação à sua composição química, apesar de ambos serem à base de resina acrílica, os dois materiais apresentam componentes diferentes no líquido como: o componente monomérico, o agente plastificante e a presença do agente de ligação cruzada no Light Liner. ARIMA *et al.*, 1996, observaram que a presença do agente de ligação cruzada diminui a solubilidade do material. O éster plastificante contido no material Light Liner apresentou maior peso molecular (JONES *et al.*, 1988 e GRAHAM *et al.*, 1991) ou

menor quantidade (BRADEN & WRIGHT, 1983) em comparação com o éster plastificante do material EverSoft. Ainda pode-se dizer que o agente plastificante (WRIGHT *et al.*, 1981; BRADEN & WRIGHT, 1983; KAZANGI & WATKINSON 1988) ou o componente monomérico (KAWAGUCHI *et al.*, 1996) do reembasador fotopolimerizável apresentou menor solubilidade na água, diminuindo desta maneira a solubilidade do mesmo.

Analisando o método de polimerização, possivelmente o grau de polimerização do reembasador Light Liner através da luz visível (G3), foi mais completo e com menos componentes residuais (OEGLE *et al.*, 1986) em comparação com os grupos G2 e G1. A utilização da barreira do ar, durante a polimerização do Light Liner, diminuiu a presença de oxigênio na camada superficial. O oxigênio pode causar o retardamento da reação da polimerização, uma vez que reage com os radicais livres (CRAIG *et al.*, 1997).

Os resultados obtidos em relação à solubilidade dos materiais resilientes são importantes porque nos ajudam a determinar qual foi o sistema resiliente que apresentou maior liberação de componentes solúveis para o meio oral, originando uma diminuição da sua resiliência, e conseqüentemente deterioração de suas propriedades elásticas (AMIN *et al.*, 1981).

Uma propriedade importante que os reembasadores resilientes devem apresentar é uma adequada força de união com a resina acrílica (DOOTZ *et al.*, 1993), para evitar qualquer ruptura na sua interface, que possa dar origem a uma superfície com alta predisposição ao crescimento de bactérias e formação de placa (KHAN *et al.*, 1989; KAWANO *et al.*, 1997). A força de união depende de vários fatores tais como: a velocidade de desgarramento, a temperatura de avaliação e as condições de armazenamento (BAYSAN *et al.*, 1998), podendo aquela força ser calculada através do ensaio de tração.

Segundo KHAN *et al.*, em 1989, o valor mínimo da força de união clinicamente aceitável é de 0,44 MPa. Neste trabalho, pode-se verificar, na Tabela 4, que todos os sistemas avaliados, apresentaram valores superiores ao valor mínimo aceitável. Os valores superiores podem estar associados à contínua polimerização do material ou à liberação dos agentes plastificantes durante a termociclagem. Como consequência da solubilidade dos agentes plastificantes, ocorreu uma diminuição no alongamento do material, um incremento na rigidez (QUDAH, 1991) e assim houve um aumento na resistência à ruptura do reembasador (DOOTZ *et al.*, 1993).

Observando-se a mesma Tabela 4, verifica-se que o reembasador polimerizado por energia de microondas (G2) apresentou uma maior resistência de união em comparação com o reembasador polimerizado pelo método de banho de água quente (G1) e luz visível (G3).

Com relação ao grupo G1, as diferenças podem ser decorrentes do fato de que, no grupo G2, utilizou-se o mesmo método de polimerização (energia de microondas) para confecção dos blocos de resina e união dos mesmos com material resiliente (AKESI-ILBAY & ILBAY, 1993), obtendo-se uma maior resistência de união, pois foi observado que as amostras polimerizadas por energia de microondas apresentam 75 % de rupturas tipo mistas (Tabela 5). Os resultados obtidos neste estudo estão de acordo com os trabalhos de BAYSAN *et al.*, 1998. Os mencionados autores verificaram uma maior força de união do material Molloplast-B polimerizado por energia de microondas em comparação com o método termopolimerizável convencional.

Ao comparar os reembasadores polimerizados por energia de microondas (G2) e por luz visível (G3), as diferenças podem estar associadas à alta solubilidade do grupo G2.

Como consequência, ocorreu um incremento na rigidez (QUDAH, 1991) e assim houve um aumento na resistência à ruptura entre reembasador e resina acrílica.

Na Tabela 5, pode ser constatado que o tipo de ruptura entre o reembasador resiliente e resina acrílica foi adesiva e mista para os três sistemas resilientes, não ocorrendo falhas coesivas. Os materiais resilientes apresentaram adequada força de coesão entre as moléculas, como podemos perceber pela ausência de rupturas coesivas. Da mesma forma, a sorção de água durante a termociclagem tenha produzido um efeito direto ou indireto sobre a interface de união reembasador e resina acrílica (POLYZOIS & DENT, 1992), originando falhas adesivas e mistas. O efeito direto consiste em que a água penetra diretamente nos pontos de união, incrementando assim a formação de esforços na sua interface reembasador-resina acrílica (KHAN *et al.*, 1989). O efeito indireto promove a liberação destes agentes plastificantes dos materiais resilientes, incrementando a rigidez do material e reduzindo seu efeito amortecedor. Esta diminuição da elasticidade aumentou a vulnerabilidade na interface de união, e as forças foram transmitidas diretamente, em lugar de serem absorvidas pelo material reembasador (AMIN *et al.*, 1981).

Observando-se a mesma Tabela 5, verifica-se que as amostras polimerizadas pelo método de água quente apresentaram 50 % de rupturas adesivas e 50 % de rupturas mistas. Entretanto as amostras polimerizadas por energia de microondas e luz visível apresentaram 25 % de rupturas adesivas e 75 % de rupturas mistas. O grupo G3, apesar de oferecer uma menor resistência de união, comparado com o grupo G2, apresentou a mesma quantidade de rupturas mistas. O material Light Liner, por ser um reembasador dual (químico e fotoativado), proporcionou uma união química na qual o líquido do monômero umedeceu a

superfície de resina acrílica, levando a uma maior formação de cadeias entre suas moléculas (ARENA *et al.*, 1993).

Analisando-se os sistemas resilientes e tendo-se como base os resultados do tipo de rupturas entre reembasador-resina acrílica, pode-se dizer que, os reembasadores polimerizados por energia de microondas (G2) e por luz visível (G3) obtiveram resultados satisfatórios porque apresentaram falhas predominantemente mistas.

A liberação de monômero residual é outro fator importante que foi analisado, porque permite avaliar a efetividade de conversão de monômero a polímero, conseqüentemente a polimerização do material (YUNUS *et al.*, 1994 e BARTOLONI *et al.*, 2000). O monômero residual, como metilmetacrilato, pode alterar diversas propriedades físicas e mecânicas dos polímeros (JAGGER, 1978) e provocar reações alérgicas nos pacientes (KEDJARUNE *et al.*, 1999). Numerosos pesquisadores avaliaram a liberação de monômero residual nas resinas acrílicas (DE CLERK, 1987; KODA *et al.*, 1989; BRAUN *et al.*, 1998; BARTOLONI *et al.*, 2000). No entanto, não existem trabalhos que tenham verificado a liberação de monômero residual nos reembasadores resilientes. Assim, foram utilizados os resultados das pesquisas com resina acrílica como instrumento de comparação com os resultados dos materiais resilientes, em virtude de ambos os materiais possuírem composição química similar.

Na Tabela 6, pode-se constatar que o grupo submetido à polimerização por energia de microondas não apresentou diferença estatisticamente significativa na liberação de monômero residual em relação ao grupo polimerizado pelo método de banho de água quente nos tempos de 24 a 144 horas. Entretanto, foi observada diferença estatística significativa às 168 horas. Possivelmente o material resiliente, polimerizado pelo método

de banho de água quente e energia de microondas, alcançou a mesma taxa de conversão de monômero para polímero no intervalo de 24 a 144 horas da avaliação (BARTOLONI *et al.*, 2000). No tempo de 168 horas, poderia ter havido além da degradação do material polimérico, uma maior taxa de conversão de monômero no grupo polimerizado por energia de microondas (YUNUS *et al.*, 1994). Em 1994, SADAMORI *et al.* observaram uma liberação do monômero residual similar por energia de microondas e pelo método convencional de banho de água quente.

No presente estudo, foram avaliados os reembasadores resilientes, Eversoft e Light Liner. No primeiro, foi verificada a presença do metilmetacrilato, mesmo sem estar especificada na sua composição química fornecida pelo fabricante. Enquanto no Light Liner, o componente monomérico é o butilmetacrilato, constatado pelo fabricante. Desta maneira, a quantidade de monômero liberada pelos materiais resilientes não foi comparada diretamente devido aos diferentes componentes monoméricos (KAWAGUCHI *et al.*, 1996).

Observando-se as Figuras 35 e 36, pode-se verificar que os grupos G1, G2 e G3 apresentaram maior liberação de monômero, nos primeiros dias e que esta liberação tende a diminuir com o tempo. Na figura 35, observa-se que, no reembasador EverSoft polimerizado por energia de microondas (G2) e banho de água quente (G1), a liberação de monômero residual tende a se estabilizar às 96 horas. Por outro lado, no reembasador polimerizado por luz visível (G3), mostrado na Tabela 7 e Figura 36, a liberação continuou diminuindo, com o decorrer do tempo. Estes resultados estão de acordo com os trabalhos de LAMB *et al.*, 1982; SATFFORD & BROOKS, 1985; BRAUN *et al.*, 1998. E podem ser justificados pelo fato de, após o ciclo de polimerização, os níveis de monômero poderem

diminuir por dois mecanismos. Um deles é a difusão do monômero do interior da resina para a água. O outro consiste na polimerização adicional do mesmo material, pois foram detectados radicais ativos entre as cadeias que promovem a polimerização do monômero conforme demonstrado por LAMB *et al.* em 1982.

A partir deste estudo, pode-se verificar quais os sistemas resilientes avaliados que apresentaram propriedades satisfatórias laboratoriais. O material Light Liner, polimerizado por luz visível, apresentou menores valores de solubilidade, adequados valores de resistência de união e rupturas predominantemente mistas. Também foi verificado que a energia de microondas pode ser utilizada para a polimerização do material resiliente EverSoft, com resultados favoráveis, na resistência de união, rupturas predominantemente mistas e liberação de monômero residual

Desta maneira, tornam-se necessários estudos clínicos longitudinais a fim de corroborar a realidade clínica da utilização dos materiais resilientes polimerizados por método de energia de microondas ou luz visível. Vê-se também a necessidade da realização de outros trabalhos em relação a propriedades como dureza superficial, deformação permanente, resistência à ruptura.

7. CONCLUSÃO

Diante os resultados obtidos e discutidos neste estudo, conclui-se:

1. Na sorção da água, os três sistemas resilientes não apresentaram diferença estatística significativa;
2. O reembasador Light Liner, polimerizado por luz visível, apresentou os menores valores de solubilidade;
3. Os três sistemas resilientes apresentaram adequados valores na resistência à tração da união, sendo que o maior valor foi obtido pelo reembasador EverSoft polimerizado por energia de microondas;
4. Os tipos de rupturas nos reembasadores polimerizados por energia de microondas e luz visível foram predominantemente mistas;
5. Não houve diferença estatística significativa na liberação de monômero residual no reembasador EverSoft polimerizado por energia de microondas e método de banho de água quente entre 24 e 144 horas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

AKESI-ILBAY, S.; ILBAY, S.G. A comparison of bond strengths of soft denture liners to polymethyl methacrylate polymerized by conventional water bath and microwave curing techniques. **J Marmara Univ Dent Fac.**, v.1, n.4, Sept. 1993.

AMIN, W.M.; FLETCHER, A.M.; RITCHIE, G.M. The nature of the interface between polymethyl methacrylate denture base materials and soft lining materials. **J Dent**, Oxford, v.9, n.4, p.336-346, 1981.

ARENA, CH.A.; EVANS, D.B.; HILTON, TH.J. A comparison of bond strengths among chairside hard reline materials. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.70, n.2, p.126-131, Aug.1993.

ARIMA, T.; MURATA, H.; HAMADA, T. The effects of cross-linking agents on the sorption and solubility characteristics of denture base resin. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 23, p.476-480, 1996.

AYDIN, A.K. *et al.* Bond strength and failure of lining materials to denture resin. **Dent Mater**, Oxford, v.15, n.3, p.211-218, May 1999

BARTOLONI, J.A. *et al.* Degree of conversion in denture base materials for varied polymerization techniques. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 27, p. 488-493, 2000.

BATES, J.F.; SMITH, D.C. Evaluation of indirect resilient liners for dentures: laboratory and clinical tests. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.70, p. 345-353, Feb.1965.

* De acordo com a NBR-6023, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), de 2000.

Abreviatura dos periódicos conforme a Base de dados MEDLINE.

BAYSAN, A. *et al.* Adhesion and tear energy of a long-term soft lining material activated by rapid microwave energy. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.79, n.2, p.182-187, Feb. 1998.

BRADEN, M.; WRIGHT, P.S. Water absorption and water solubility of soft lining materials for acrylic dentures. **J Dent Res**, Washington, v. 62, n. 6, p.764-768, June 1983.

BRAUN, K.O.; DEL BEL CURY, A. A.; CURY, J.A. Avaliação *in vitro* da efetividade de polimerização de resina acrílica dental, ativada através de energia de microondas, quando em contato com metal. **Rev Odontol Univ Sao Paulo**, São Paulo, v.12, n.2, p.173-180, Abr./June.1998.

BROWN, D. Resilient soft liners and tissue conditioners. **Br Dent J**, London, v. 164, p. 357-360, June 1988.

CRAIG, R.G. **Restorative dental materials**. 10th ed. Saint Louis: C.V. Mosby, 1997. Chap.19, p.501-51.

DE CLERK, J.P. Microwave polymerization of acrylic resins used in dental prostheses. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.57, n.5, p.650-658, May 1987.

DOOTZ, E.R.; KORAN, A.; CRAIG, R.G. Physical property comparison of 11 soft lining materials as a function of accelerated aging. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.69, n.1, p.114-119, Jan.1993.

EL-HADARY, A.; DRUMMOND, J. Comparative study of water, solubility and tensile bond strength of two soft lining materials. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.83, n.3, p.356-361, Mar. 2000.

GRAHAM, B.S.; JONES, D.W.; SUTOW, E.J. An *in vivo* and *in vitro* study of the loss of plasticizer from soft polymer-gel materials. **J Dent Res**, Washington, v.70, n.5, p.870-873, May 1991.

HEKIMOGLU,C.; ANIL, N. Sorption and solubility of soft denture liners after accelerated aging. **Am J Dent**, San Antonio, v.12, n.1, p.44-46, Feb. 1999.

HEKIMOGLU,C.; ANIL, N.The effect of accelerated ageing on the mechanical properties of soft denture lining materials. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 26, p. 745-748, 1999.

JAGGER, R.G. Effect of the curing cycle on some properties of a polymethylmethacrylate denture base material. **J Oral Rehabil**, Oxford, v.5, p.151-157, 1978.

JONES, D.W. *et al.* Dental soft polymers: plasticizer composition and leachability. **Dental Mater**, Oxford, v.4, p.1-7, 1988.

KALACHANDRA, S.; TURNER, D.T. Water sorption of plasticized denture acrylic lining materials. **Dental Mater**, Oxford, v.5, p.161-164, May 1989.

KAWANO, F. *et al.* Sorption and solubility of 12 denture liners. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.72, n.4, p.393-398, Oct. 1994.

KAWANO, F. *et al.* Bond Strength of six soft denture liners against polymerized and unpolymerized poly (methyl methacrylate) Comparison of bond strength of six denture liners to denture base resin. **Int J Prosthodont**, Lombard, v.10, n.2, p.178-182, 1997.

KAZANJI, M.N.M.; WATKINSON, A.C. Soft lining materials: their absorption of, and solubility in, artificial saliva. **Br Dent J**, London, v.165, n.3, p.91-94, Aug. 1988.

KAWAGUCHI, M. *et al.* Effect of light-exposure duration on the amount of leachable monomers from light-activated reline material. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v. 75, n.2, p.183-187, Feb. 1996.

KHAN, Z.; MARTIN, J.; COLLARD, S. Adhesion characteristics of visible light-cured denture base material bonded to resilient lining materials. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.62, n.2, p.196-200, Aug. 1989.

KEDJARUNE, U.; CHAROENWORALUK, N.; KOONTONGKAEW, S. Release of methyl methacrylate from heat-cured and autopolymerized resins: Cytotoxicity testing related to residual monomer. **Aust Dent J**, St Leonards, v.44, n.1, 1999.

KODA, T. High-performance liquid chromatographic estimation of eluates from denture base polymers. **J Dent**, Oxford, v.1, n.2, p.84-89, 1989.

KUTAY, O. *et al.* Tensile bond strength of a soft lining with acrylic denture base resins. **Eur J Prosthodont Restor Dent**, Ramford, v.2, n.3, p.123-126, Mar. 1994.

LAMB, D.J. Loss into water of residual monomer from autopolymerizing dental acrylic resin. **Biomaterials**, Oxford, v.3, p.155-159, July 1982.

MC CABE, J.F. Soft lining: composition and structure. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 3, p. 273-278, 1976.

MC KINSTRY, R.E. Microwave processing of permanent soft denture liners. **Compend Contin Educ Dent**, v.12, n.1, 1991.

NUNES DE MELLO, J.A.; DEL BEL CURY, A.A. **Avaliação *in vitro* de propriedades mecânicas e química de uma resina autopolimerizável polida quimicamente, submetidas a um ciclo de polimerização complementar com energia de microondas ou água quente.** Piracicaba, 1999. 91 f. Dissertação (mestrado em Clínica Odontológica)-Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.

OGLE, R.E.; SORENSEN, S.E.; LEWIS, E.A. A new visible light-cured resins system applied to removable prosthodontics. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.56, n.4, p.497-506, Oct. 1986.

PARKER, S.; BRADEN, M. Water absorption of methacrylate soft lining materials. **Biomaterials**, Oxford, v.10, p.91-95, Mar. 1989.

PINTO, J.R. *et al.* Effect of thermocycling on bond strength and elasticity of 4 long-term soft denture liners. . **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.88, n.5, p.516-521, Nov. 2002

POLYZOIS, G.L.; Dr DENT. Adhesion properties of resilient lining materials bonded to light-cured denture resins. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.68, n.5, p.854-858, Nov. 1992.

POLYZOIS, G.L.; KALABOURA, A.I.; ELIADES, G. Curing efficiently of visible light- and dual denture reliners. **Int J Prosthodont**, Lombard, v. 13, n.6, p.520-525, 2000.

QUDAH, S.; HUGGET, R.; HARRISON, A.; The effect of thermocycling ont the hardness of soft lining materials. **Quintessence Int**, Berlin, v.22, n.7, p. 575-580, 1991.

RAHAL, S.J.; MESQUITA, M.F. **Influência dos polimentos mecânico e químico sobre propriedades de resinas acrílicas ativadas termicamente**. Piracicaba, 2001. 161 f. Dissertação (mestrado em Clínica Odontológica)- Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.

SADAMORI, SH. *et al.* Dimensional changes of relined bases with heat-cured, microwave-actived, autopolimerizing, and visible light cured resins. A laboratory study. **Aust Dent J**, v.40, n. 5, p. 322-326, 1995.

SADAMORI, SH. *et al.* Influence of thickness and location on the residual monomer content of denture base cured by three processing methods. **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.72, n.1, p.19-22, July 1994.

STAFFORD, G.D.; BROOKS, S.C. The loss of residual monomer from acrylic orthodontic resins. **Dent Mater**, Oxford, v.1, p.135-138, 1985.

SMITH, L.T.; POWERS, J.M. In Vitro Properties of Light-Polymerized Reline Materials. **Int J Prosthodont**, Lombard, v. 4, n.5, p.445-448, 1991.

SUCHATLAMPONG, C.; DAVIES, E.H.; VON FRAUNHOFER, J.A. Some physical properties of four resilient lining materials. **J Dent**, Oxford, v.4, n.1, p.19-27, 1977.

TORRES LEÓN, B.L.; RODRIGUES GARCIA, R.C.M. **Avaliação *in vitro* da alteração de peso e rugosidade superficial de reembasadores resilientes temporários e resistência de união com a resina acrílica para microondas quando submetidos à agente químico de limpeza de próteses.** Piracicaba, 2001. 118 f. Dissertação (mestrado em Clínica Odontológica)- Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.

WRIGHT, P.S. Composition and properties of soft lining materials for acrylic dentures. **J Dent Res**, Washington, v.9, n.3, p.210-223, Sept. 1981.

YUNUS, N.; HARRISON, A.; HUGGET, R. Effect of microwave irradiation on the flexural strength and residual monomer levels of an acrylic resin repair material. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 21, p. 641-648, 1994.

ANEXOS

Os valores encontrados para os testes de sorção de água e solubilidade estão apresentados nas Tabelas 8 a 10. Os valores do ensaio de resistência de união entre reembasador-resina e o tipo de ruptura podem ser observados nas Tabelas 11 a 16. Os valores obtidos do monômero residual estão indicados nas Tabelas 17 a 19. As análises estatísticas estão mostradas nos itens 9.5 a 9.9.

9.1 Valores do teste de sorção de água e solubilidade

Tabela 8: Resultados do teste de sorção de água (%) e solubilidade (%) das amostras polimerizadas pelo método de banho de água quente.

Amostras	W1	W2	W3	Sorção (%)	Solubilidade(%)
1	1,4784	1,4018	1,3618	2,71	7,89
2	1,8383	1,7421	1,7061	1,96	7,19
3	1,6017	1,5271	1,4868	2,52	7,17
4	1,4289	1,3561	1,3314	1,73	6,82
5	1,5711	1,4799	1,4323	3,03	8,83
16	1,2561	1,1855	1,1417	3,49	9,11
17	1,4833	1,4436	1,3963	3,19	5,87
18	1,3322	1,2861	1,2467	2,96	6,42
19	1,5200	1,4861	1,4286	3,78	6,01
20	1,4469	1,3755	1,3419	2,32	7,26
MÉDIA	1,50	1,43	1,39	2,77	7,26
D.PAD	0,16	0,15	0,15	0,65	1,09
C.VAR	10,60	10,50	10,78	23,57	15,02

Tabela 9: Resultados do teste de sorção de água (%) e solubilidade (%) das amostras polimerizadas por energia de microondas.

Amostras	W1	W2	W3	Sorção (%)	Solubilidade(%)
6	1,3795	1,2803	1,2576	1,65	8,84
7	1,4433	1,3551	1,3318	1,61	7,73
8	1,4216	1,3688	1,3271	2,93	6,65
9	1,3737	1,2745	1,2517	1,66	8,88
10	1,3955	1,3077	1,2825	1,81	8,10
21	1,3186	1,2488	1,2124	2,76	8,05
22	1,4461	1,3729	1,334	2,69	7,75
23	1,4012	1,3592	1,3118	3,38	6,38
24	1,3433	1,2473	1,2293	1,34	8,49
25	1,3221	1,2793	1,2316	3,61	6,85
MÉDIA	1,38	1,31	1,28	2,34	7,77
D.PAD	0,05	0,05	0,05	0,82	0,89
C.VAR	3,33	3,83	3,65	35,13	11,45

Tabela 10: Resultados do teste de sorção de água (%) e solubilidade (%) das amostras polimerizadas por luz visível.

Amostras	W1	W2	W3	Sorção (%)	Solubilidade(%)
11	1,2598	1,2153	1,1878	2,18	5,72
12	1,0684	1,0303	1,0078	2,11	5,67
13	1,250	1,2137	1,1881	2,05	4,95
14	1,2222	1,1789	1,1531	2,11	5,65
15	1,2214	1,1846	1,1555	2,38	5,40
26	1,0833	1,0652	1,0254	3,67	5,34
27	1,2543	1,2333	1,1865	3,73	5,41
28	1,3168	1,2994	1,2456	4,09	5,41
29	1,1612	1,1518	1,1079	3,78	4,59
30	1,2593	1,243	1,1949	3,82	5,11
MÉDIA	1,21	1,18	1,15	2,99	5,32
D.PAD	0,08	0,08	0,08	0,88	0,35
C.VAR	6,67	6,90	6,68	29,46	6,63

9.2 Valores do teste de resistência de união

Tabela 11: Resultados do teste de resistência de união das amostras polimerizadas pelo método de banho de água quente.

Amostras	Tensão (MPa)
3	0,547
1	0,462
38	0,458
10	0,579
8	0,620
5	0,413
11	0,512
37	0,621
4	0,564
9	0,565
7	0,650
6	0,489
MÉDIA	0,540
D.PAD	0,074
C.VAR	13,72

Tabela 12: Resultados do teste de resistência de união das amostras polimerizadas por energia de microondas

Amostras	Tensão (MPa)
16	0,647
41	0,639
17	0,702
18	0,607
24	0,724
13	0,612
23	0,689
20	0,745
40	0,656
42	0,642
21	0,632
19	0,730
MÉDIA	0,669
D.PAD	0,047
C.VAR	7,09

Tabela 13: Resultados do teste de resistência de união das amostras polimerizadas por luz visível.

Amostras	Tensão (MPa)
32	0,547
33	0,637
45	0,566
30	0,552
34	0,591
39	0,480
35	0,519
36	0,497
44	0,516
27	0,491
43	0,551
31	0,593
MÉDIA	0,545
D.PAD	0,047
C.VAR	8,65

9.3 Tipos de ruptura na interface de união

Tabela 14: Tipos de ruptura na interface de união quando as amostras foram polimerizadas pelo método de banho de água quente.

Amostras	Tipo de Ruptura
3	mista
1	adesiva
38	mista
10	mista
8	adesiva
5	adesiva
11	mista
37	adesiva
4	adesiva
9	mista
7	mista
6	adesiva
Ruptura Adesiva: 50 %	
Ruptura Mista: 50%	

Tabela 15: Tipos de ruptura na interface de união quando as amostras foram polimerizadas por energia de microondas.

Amostras	Tipo de Ruptura
16	mista
41	adesiva
17	mista
18	mista
24	adesiva
13	mista
23	mista
20	mista
40	adesiva
42	mista
21	mista
19	mista
Ruptura Adesiva: 15%	
Ruptura Mista: 75%	

Tabela 16: Tipos de ruptura na interface de união quando as amostras foram polimerizadas por luz visível.

Amostras	Tipo de Ruptura
32	adesiva
33	mista
45	mista
30	adesiva
34	mista
39	mista
35	mista
36	mista
44	mista
27	mista
43	adesiva
31	mista
Ruptura Adesiva: 15%	
Ruptura Mista : 75%	

9.4 Valores do teste de liberação de monômero residual

Tabela 17: Resultados da liberação do Metilmetacrilato ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) das amostras polimerizadas pelo método de banho de água quente.

Amostras	Tempo						
	24 h	48 h	72 h	92 h	120 h	144 h	168 h
13	0,602	0,376	0,373	0,269	0,289	0,207	0,239
14	0,618	0,418	0,399	0,305	0,330	0,221	0,295
15	0,623	0,405	0,388	0,309	0,314	0,229	0,275
16	0,631	0,422	0,398	0,287	0,312	0,223	0,272
17	0,626	0,407	0,387	0,288	0,298	0,213	0,270
18	0,651	0,433	0,421	0,303	0,317	0,250	0,282
19	0,583	0,394	0,382	0,269	0,297	0,241	0,268
20	0,654	0,416	0,403	0,300	0,301	0,222	0,289
21	0,637	0,421	0,405	0,300	0,291	0,224	0,266
22	0,587	0,390	0,394	0,294	0,294	0,217	0,246
23	0,643	0,416	0,390	0,323	0,298	0,229	0,262
24	0,616	0,396	0,379	0,304	0,298	0,209	0,281
MÉDIA	0,62	0,41	0,39	0,30	0,30	0,22	0,27
D.PAD	0,02	0,02	0,01	0,02	0,01	0,01	0,02
C.VAR	3,73	3,98	3,28	5,29	4,07	5,63	6,01

Tabela 18: Resultados da liberação do Metilmetacrilato ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) das amostras polimerizadas por energia de microondas.

Amostras	Tempo						
	24 h	48 h	72 h	96 h	120 h	144 h	168 h
1	0,650	0,369	0,331	0,259	0,241	0,244	0,260
2	0,664	0,395	0,365	0,280	0,274	0,195	0,211
3	0,735	0,473	0,436	0,322	0,343	0,248	0,263
4	0,656	0,390	0,395	0,261	0,285	0,195	0,228
5	0,701	0,448	0,437	0,324	0,346	0,255	0,271
6	0,623	0,406	0,319	0,257	0,288	0,232	0,239
7	0,576	0,374	0,369	0,267	0,282	0,193	0,223
8	0,669	0,448	0,433	0,320	0,326	0,245	0,276
9	0,579	0,366	0,378	0,267	0,275	0,186	0,231
10	0,684	0,446	0,450	0,318	0,341	0,255	0,285
11	0,613	0,401	0,416	0,275	0,265	0,206	0,248
12	0,662	0,444	0,427	0,309	0,341	0,238	0,274
MÉDIA	0,66	0,41	0,40	0,29	0,30	0,22	0,25
D.PAD	0,05	0,04	0,04	0,03	0,04	0,03	0,02
C.VAR	7,10	8,87	11,08	9,65	12,15	12,11	9,63

Tabela 19: Resultados da liberação do Butilmetacrilato ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) das amostras polimerizadas por luz visível.

Amostras	Tempo						
	24 h	48 h	72 h	96 h	120 h	144 h	168 h
1	1,080	1,040	1,060	0,840	0,726	0,766	0,713
2	1,016	1,027	1,016	0,773	0,691	0,762	0,680
3	1,038	1,043	0,975	0,746	0,688	0,714	0,686
4	1,036	0,993	0,962	0,742	0,668	0,705	0,680
5	1,049	0,996	0,994	0,726	0,682	0,764	0,684
6	1,059	0,957	1,009	0,713	0,689	0,729	0,650
7	1,040	0,981	0,985	0,682	0,721	0,733	0,664
8	1,007	0,991	1,009	0,718	0,683	0,728	0,673
9	1,041	0,956	1,036	0,714	0,678	0,738	0,695
10	1,072	0,991	1,076	0,756	0,701	0,768	0,723
11	1,040	0,983	1,026	0,699	0,691	0,713	0,682
12	1,038	0,955	1,058	0,691	0,646	0,733	0,667
MÉDIA	1,04	0,99	1,02	0,73	0,69	0,74	0,68
D.PAD	0,02	0,03	0,04	0,04	0,02	0,02	0,02
C.VAR	1,96	3,06	3,51	5,86	3,11	3,01	2,94

9.5 Análise estatística da sorção de água

De acordo com o planejamento do experimento, determinou-se que a análise de variância deve ser feita com o objetivo de apoiar a pesquisadora no estudo dos efeitos do método (fator) sobre as variáveis dependentes deste estudo (Sorção e Solubilidade).

Preliminarmente à análise de variância de acordo com o modelo adequado para experimentos inteiramente casualizados foi efetuado um estudo para se verificar se os dados são compatíveis com as suposições que embasam a análise.

Foi determinada a aplicação do teste para comparações múltiplas de médias de *Bonferroni* para o fator material se este mostrar efeito significativo sobre a variável de resposta na análise de variância. Foi adotado um nível de significância de 5%.

Estudo de Suposições

Conforme solicitado foi feita a análise de dados adequada para dados oriundos de um experimento inteiramente casualizado com um fator (método). Preliminarmente à análise de variância recomenda-se a elaboração de um estudo de suposições objetivando verificar a adequação dos dados ao modelo adotado.

O resultado do estudo de suposições é listado e comentado em seguida.

C.ABS_SOL OBSERVATIONS (N=30): all ANALYSIS: One-way ANOVA RESPONSE: abs FACTORS: metodo CLASSES: metodo USER-EXCLUDED OBSERVATIONS: none ASSUMPTIONS VIOLATED: none

O estudo de suposições não revela indícios da violação de suposições que embasam a análise de variância, ou seja, não foram detectados indícios de heterogeneidade de variâncias, presença de valores excessivamente influentes, de valores discrepantes ou de problemas associados à escala da variável de resposta.

Em vista do resultado do estudo de suposições, conclui-se que a análise de variância pode ser aplicada sem a necessidade de transformações de dados ou da exclusão de valores, sendo assim, parte-se para o estudo de análise de variância, de acordo com o planejamento elaborado para a análise.

Análise de variância

Inicialmente é apresentado o quadro de análise de variância, na Tabela 18.

Tabela 18. Análise de variância do da *Sorção* em função do fator método testada através de um modelo adequado para experimentos inteiramente casualizados.

Causa de variação	GL	Soma de quadrados	Quadrados médios	Valor F	Pr > F
Modelo	2	2.16652212	1.08326106	1.73	0.1967
Resíduo	27	16.92654096	0.62690892		
Total corrigido	29	19.09306308			
R ² : 11,3472%	C.V. 29,31129				

A análise de variância mostra que o modelo não é significativo o que não nos permite concluir que existam médias verdadeiras de *Sorção* es nos diversos níveis de métodos estudados.

O coeficiente de determinação (R²) indica que o modelo é capaz de explicar apenas 11,35% da variação da *absorção*, uma quantidade bastante baixa de variação o que indica uma grande influência dos fatores não controlados (resíduo).

O coeficiente de variação também não dá indícios de um modelo muito adequado já que há uma variabilidade muito grande dos dados em torno das médias, muito próximo ao limite máximo aceitável em alguns textos de estatística de 30%.

Em vista da ausência de efeito significativo do modelo, não se recomenda a adoção de um procedimento para comparações múltiplas de médias.

Para ilustrar as diferenças entre as médias os valores são listados na Tabela 19.

Tabela 19. Médias, desvios-padrão, erros padrão e intervalo de confiança das médias de *Absorção* nos diferentes métodos estudados.

Métodos	Média	Desvio padrão	Erro padrão	Intervalo de confiança (95%)	
				inferior	superior
Convencional	2,768	0,652	0,206	2,301	3,234
Energia de Microondas	2,344	0,823	0,260	1,755	2,933
Luz visível	2,992	0,881	0,279	2,362	3,623

Observa-se que as médias são bastante próximas entre si quando analisadas sobre o prisma do intervalo de confiança que permite inferir à respeito das médias verdadeiras. Observa-se que há grande sobreposição de intervalos de confiança de forma que, em geral o intervalo de confiança de um método engloba a média do outro método o que é um sinal sutil da inexistência de diferenças entre as médias. O teste estatístico incluído na análise de variância é mais importante para que se determine a aceitação da hipótese de nulidade como a opção mais correta.

9.6 Análise estatística da solubilidade

Estudo de Suposições

De maneira similar ao estudo de *Sorção*, foi feita a análise de dados adequada para dados oriundos de um experimento inteiramente casualizado com um fator (método). Preliminarmente à análise de variância recomenda-se a elaboração de um estudo de suposições objetivando verificar a adequação dos dados ao modelo adotado.

O resultado do estudo de suposições é listado e comentado em seguida.

```

C.ABS_SOL
OBSERVATIONS (N=30): all
ANALYSIS: One-way ANOVA
RESPONSE: solub
FACTORS: metodo
CLASSES: metodo
USER-EXCLUDED OBSERVATIONS: none
ASSUMPTIONS VIOLATED:
  Response scaling

```

Diferente da análise da variável *Sorção*, o estudo da solubilidade revelou indícios de violação da suposição de escala de resposta. Esta violação tem relação com a distribuição da variável de resposta. Em geral, quando se verifica este tipo de violação o mais adequado é a elaboração de um estudo de transformação de dados. O estudo de transformação de dados, efetuado de acordo com a técnica descrita por BOX-COX¹ e esta técnica indica uma potência que maximiza as propriedades do modelo em sua associação com os dados.

```

+LAB: Optimal Power Transformation-----+
| Specify powers: [ -2.5 TO -0.5 BY 0.1      ]      |
|                               Recalculate   |      |
|                               Power         |      |
|                               Optimal:  -1.3 |      |
|                               To be used: [ -1 ] |      |
+-----+

```

Optimal Power Transformation

The optimal power transformation analysis suggests that the power -1.3 of solub may be more easily modeled; however, this transformation is not appreciably better than its inverse.

O estudo de transformação para a potência ótima sugere que a potência de $-1,3$ é ótima mas que ela não difere significativamente da potência -1 que corresponde à aplicação da função inversa. Por se tratar de uma sugestão, a eficácia da aplicação desta transformação deve ser testada através de um novo estudo de suposições, desta vez, nos

¹ Box, G.E.P., Hunter, W.G. and Hunter, J.S. (1978), Statistics for Experimenters, New York: John Wiley & Sons, Inc.

dados transformados. O estudo de suposições aplicado nos dados transformado é listado em seguida:

C.ABS_SOL
 OBSERVATIONS (N=30): all
 ANALYSIS: One-way ANOVA
 RESPONSE: 1/solub
 FACTORS: metodo
 CLASSES: metodo
 USER-EXCLUDED OBSERVATIONS: none
 ASSUMPTIONS VIOLATED: none

Observa-se que não existem mais indícios de violações o que permite concluir que a transformação teve resultados satisfatórios e, então, parte-se para a análise de variância com base nos dados transformados.

Análise de variância

Inicialmente é apresentado o quadro de análise de variância, na Tabela 20.

Tabela 20. Análise de variância do da *Sorção* em função do fator método testada

através de um modelo adequado para experimentos inteiramente casualizados e calculado com os dados transformados de acordo com a indicação do estudo de suposições.

Causa de variação	GL	Soma de quadrados	Quadrados médios	Valor F	Pr > F
Modelo	2	0,01937667	0,00968833	34,78	<,0001
Resíduo	27	0,00752138	0,00027857		
Total corrigido	29	0,02689805			
R ² : 72,0374%		C.V. 10,89919			

A análise de variância mostra que o modelo não é significativo o que não nos permite concluir que existam médias verdadeiras de *Solubilidade* nos diversos níveis de métodos estudados.

O coeficiente de determinação (R^2) indica que o modelo é capaz de explicar apenas 72,04% da variação da *solubilidade*, uma quantidade bastante alta de variação o que indica uma grande influência dos métodos sobre as diferenças de solubilidade observadas.

O coeficiente de variação se mostra excelente, ou seja, muito menor que 10% indicando um bom comportamento dos dados em torno das médias.

Uma vez detectado o efeito significativo, há necessidade da aplicação de um estudo para comparações múltiplas de médias, dentre os quais foi eleito, “apriori” o teste de Bonferroni em vista de suas propriedades.

Para ilustrar as diferenças entre as médias os valores são listados na Tabela 21

Tabela 21. Médias, desvios-padrão, erros padrão e intervalo de confiança das médias de *Sorção* nos diferentes métodos estudados e teste de Bonferroni para comparações múltiplas de médias com nível de significância alfa de 5%. Médias com a mesma letra não diferem significativamente entre si.

Métodos	Média	Desvio padrão	Erro padrão	Limites do intervalo de confiança (95%)		Teste de Bonferroni
				inferior	superior	
Energia de Microondas	7,771	0,890	0,281	7,134	8,407	A
Convencional	7,257	1,090	0,345	6,477	8,037	A
Luz visível	5,325	0,353	0,112	5,072	5,578	B

O teste de Bonferroni nos oferece indícios de que a média verdadeira do método com luz visível é significativamente diferente dos métodos com Energia de microondas e convencional.

9.7 Análise estatística da resistência de união

Técnicas utilizadas

De acordo com o planejamento do experimento, determinou-se que a análise de variância deve ser feita com o objetivo de apoiar a pesquisadora no estudo dos efeitos do método (fator) sobre as variáveis dependentes deste estudo (Tensão).

Preliminarmente à análise de variância de acordo com o modelo adequado para experimentos inteiramente casualizados foi efetuado um estudo para se verificar se os dados são compatíveis com as suposições que embasam a análise.

Foi determinada a aplicação do teste para comparações múltiplas de médias de *Bonferroni* para o fator material se este mostrar efeito significativo sobre a variável de resposta na análise de variância. Foi adotado um nível de significância de 5%.

Estudo de Suposições

Conforme solicitado foi feita a análise de dados adequada para dados oriundos de um experimento inteiramente casualizado com um fator (método). Preliminarmente à análise de

variância recomenda-se a elaboração de um estudo de suposições objetivando verificar a adequação dos dados ao modelo adotado.

O resultado do estudo de suposições é listado e comentado em seguida.

C.TENSAO OBSERVATIONS (N=36): all ANALYSIS: One-way ANOVA RESPONSE: tensão FACTORS: método CLASSES: método USER-EXCLUDED OBSERVATIONS: none ASSUMPTIONS VIOLATED: none

O estudo de suposições não revela indícios da violação de suposições que embasam a análise de variância, ou seja, não foram detectados indícios de heterogeneidade de variâncias, presença de valores excessivamente influentes, de valores discrepantes ou de problemas associados à escala da variável de resposta.

Em vista do resultado do estudo de suposições, conclui-se que a análise de variância pode ser aplicada sem a necessidade de transformações de dados ou da exclusão de valores, sendo assim, parte-se para o estudo de análise de variância, de acordo com o planejamento elaborado para a análise.

Análise de variância

Inicialmente é apresentado o quadro de análise de variância, na Tabela 22.

Tabela 22. Análise de variância do da *Tensão(MPa)* em função do fator método testada através de um modelo adequado para experimentos inteiramente casualizados.

Causa de variação	GL	Soma de quadrados	Quadrados médios	Valor F	Pr > F
Modelo	2	13.24396422	6.62198211	19.18	<.0001
Resíduo	33	11.39598208	0.34533279		
Total corrigido	35	24.63994631			
R ² : 53,7500%		C.V. 9,858479			

A análise de variância mostra que o modelo é altamente significativo o que nos dá fortes indícios da existência de diferenças significativas entre as médias verdadeiras de pelo menos, dois dentre os métodos comparados.

O coeficiente de determinação (R²) indica que o modelo é capaz de explicar apenas 53,75% da variação da *Tensão*, uma quantidade razoável da variação e que indica um bom controle sobre os valores observados. Se fosse maior, o coeficiente de determinação indicaria um melhor controle da variável de resposta, ocorre, todavia que a variabilidade pode ser realmente decorrente de fatores incontroláveis.

O coeficiente de variação, por outro lado, nos dá excelentes indícios de que os valores são pouco variáveis em torno das médias o que propiciará um bom resultado no procedimento de comparação de médias.

Para ilustrar as diferenças entre as médias os valores são listados na Tabela 23.

Tabela 23. Médias, desvios-padrão, erros padrão e intervalo de confiança das médias de *Tensão* nos diferentes métodos estudados e teste de Bonferroni para comparações múltiplas de médias com nível de significância de 5%. Médias com letras iguais não diferem entre si com nível de significância alfa de 5% ($\alpha=0,05$).

Métodos	Média	Desvio padrão	Erro padrão	Limites do intervalo de confiança (95%)		Teste de Bonferroni
				inferior	superior	
M. Convencional	0.540	0.074	0.218	0.5030	0.5990	B
M. Luz Visível	0.545	0.047	0.139	0.5249	0.5860	B
M. Microondas	0.669	0.047	0.140	0.6511	0.7126	A

O teste de Bonferroni nos oferece indícios para se afirmar que as médias verdadeiras de *tensão* dos métodos *Convencional* e *Luz visível* são diferentes da média do método *microondas* que apresenta uma média significativamente maior que os outros dois.

9.8 Análise estatística da liberação de metilmetacrilato

De acordo com o planejamento do experimento, determinou-se que a análise de variância deve ser feita com o objetivo de apoiar a pesquisadora no estudo dos efeitos dos fatores (método e tempo) sobre a liberação de metilmetacrilato.

Preliminarmente à análise de variância de acordo com o modelo adequado para experimentos inteiramente casualizados com parcelas subdivididas foi efetuado um estudo para se verificar se os dados são compatíveis com as suposições que embasam a análise.

Foi determinada a aplicação do teste para comparações múltiplas de médias de *Bonferroni* para o fator método e se este mostrar efeito significativo sobre a variável de resposta na análise de variância. Foi adotado um nível de significância de 5%.

Estudo de Suposições

Conforme solicitado foi feita a análise de dados adequada para dados oriundos de um experimento inteiramente casualizado com parcelas subdivididas. Preliminarmente à análise de variância recomenda-se a elaboração de um estudo de suposições objetivando verificar a adequação dos dados ao modelo adotado.

O resultado do estudo de suposições é listado e comentado em seguida.

C.METIL OBSERVATIONS (N=168): all ANALYSIS: Multiple regression and ANOVA RESPONSE: metil FACTORS: amostra método tempo CLASSES: método amostra tempo Model: AMOSTRA, METODO, AMOSTRA*METODO, TEMPO, METODO*TEMPO USER-EXCLUDED OBSERVATIONS: none ASSUMPTIONS VIOLATED: Response scaling Outliers Constant variance Influential observations

O estudo inicial mostra evidências da violação de quatro suposições que embasam a análise de variância. Em decorrência da existência de indícios das violações de escala da variável de resposta e homogeneidade de variâncias, sugere-se um estudo de transformação de dados.

Será utilizada a técnica descrita por BOX-COX² que determina uma potência que maximiza a verossimilhança e que pode ser usada para transformar os dados com o objetivo de melhorar as propriedades do modelo para a representação dos dados.

² Box, G.E.P., Hunter, W.G. and Hunter, J.S. (1978), Statistics for Experimenters, New York: John Wiley & Sons, Inc.

O resultado do estudo de transformação de dados é listado em seguida:

```
+LAB: Optimal Power Transformation-----+
| Specify powers: [ -0.5 TO 1.5 BY 0.1      ]      |
|                                           |
|           Recalculate      |      |
|           Power           |      |
|           Optimal:  0.5   |      |
|           To be used: [ 0.5 ] |      |
+-----+
Optimal Power Transformation

The optimal power transformation analysis suggests that the square
root of metil may be more easily modeled.
```

O estudo de transformação de dados sugere que a potência de 0,5 pode ser usada para transformar os dados e facilitar a modelagem dos dados. Em vista de se tratar de uma sugestão, um novo estudo de suposições será efetuado, desta vez, com os dados transformados a fim de se verificar a eficácia da transformação na resolução dos problemas preliminarmente detectados.

```
C.METIL
OBSERVATIONS (N=168): all
ANALYSIS: Multiple regression and ANOVA
RESPONSE: SQRT(metil)
FACTORS: amostra método tempo
CLASSES: método amostra tempo
Model: AMOSTRA, METODO, AMOSTRA*METODO, TEMPO, METODO*TEMPO
USER-EXCLUDED OBSERVATIONS: none
ASSUMPTIONS VIOLATED:
  Outliers
  Influential observations
```

Observa-se uma redução no número de suposições violadas o que já evidencia o sucesso da transformação de dados, entretanto, há necessidade de se avaliar os problemas que permaneceram: presença de valores discrepantes e de valores excessivamente

influentes. A fim de se identificar às causas dos problemas, são listados, inicialmente, os potenciais dados discrepantes:

Potential outlier observations: Prob < 0.05						
Observation number	metil	amostra	método	Studentized residual without current obs		P-value for outlier test
122	0.56480	6	Método Microonda	-4.13360		0.010641
Outliers						
One observation qualifies as an outlier by exceeding a studentized residual value of +/-3.716989 with an overall significance level less than 0.05. Examine the data for correctness; consider a curvilinear model, a transformation, or deletion of the observation.						
Potential influential observations: Abs(Dffits) > 2						

Observa-se que a amostra 6 revela um valor alto na estatística “Resíduo Estudentizado” e, em decorrência disto, é tido como um potencial “outlier”. O resíduo estudentizado tem valores entre -2 e $+2$ para dados que não indicam qualquer problema e o valor $-4,13$ é menor que o limite mínimo de -2 .

Como também foi detectada a evidência da existência de valores excessivamente influentes, foi listado, também o potencial dado excessivamente influente:

Observation number	metil	amostra	metodo	Standard influence on predicted value	Leverage
122	0.56480	6	Método Microonda	-2.15870	0.21429
Influential Observations					
One observation qualifies as influential by exceeding a DFFITS statistic value of +/- 2. The results of the analysis may depend too much upon this observation.					

Observa-se que a mesma observação discrepante é tida, também, como excessivamente influente, entretanto o valor do resíduo estudentizado excede em muito

pouco o limite de -2 o que não nos dá tanta certeza de que o dado realmente é excessivamente influente.

Em vista da análise do resíduo estudentizado e do valor de influência padronizada nos valores estimados (DFFITS), não se recomenda a exclusão deste dado em decorrência dos prejuízos decorrentes do desbalanceamento dos dados.

É conveniente observar que em relação ao mesmo dado tido como discrepante têm indícios fracos de ser excessivamente influente, sendo assim, os indícios de que este valor possa atrapalhar a análise, serão desprezados a fim de não se proceder a sua exclusão e será conduzida a análise de variância.

Análise de variância

Inicialmente é apresentado o quadro de análise de variância, na Tabela 24.

Tabela 24. Análise de variância do da *Tensão(MPa)* em função do fator método testada através de um modelo adequado para experimentos inteiramente casualizados.

Causa de variação	Soma de GL	Quadrados quadrados	médios	Valor F	Pr > F
Método	1	0,00004751	0,00004751	0,02	0,8944
Resíduo (A)	22	0,05801427	0,00263701		
Parcela	23	0,05806178			
Tempo	6	1,71313102	0,28552184	1652,66	<,0001
Metodo*Tempo	6	0,00458328	0,00076388	4,42	0,0004
Resíduo (B)	132	0,02280498	0,00017277		
Total corrigido	167	1,79858107			
R ² : 98,73%	C.V. 2,22				

A análise de variância nos dá fortes indícios ($p < 0,01$) de que há efeito significativo do fator tempo e da interação entre o fator tempo e método, não são fornecidos indícios de que exista efeito significativo do fator método.

O coeficiente de determinação (R^2) indica que o modelo é capaz de explicar apenas 98,73% da variação da *Tensão*, uma quantidade bastante alta, portanto, da variação e que indica um excelente controle sobre os valores observados.

O coeficiente de variação (C.V.) de 2,22% é um valor excelente e que nos dá fortes indícios de que as rotinas de comparação de médias serão eficientes na detecção das diferenças provocadas pelos tratamentos.

Uma vez verificada a existência de indícios de efeito significativo da interação, deve-se proceder o desdobramento para a comparação de médias. O efeito do fator Método deve ser testado através de um teste para comparações múltiplas de médias já que trata-se de um fator qualitativo.

A comparação de médias de tensão dos níveis do fator método dentro dos níveis de tempo através do teste de Bonferroni é listado na Tabela 2.

Tabela 25. Médias, desvios-padrão, erros padrão e intervalo de confiança das médias de *Tensão* nos diferentes métodos estudados dentro dos níveis tempo e teste de Bonferroni para comparações múltiplas de médias com nível de significância de 5%. Médias com letras iguais não diferem entre si com nível de significância alfa de 5% ($\alpha=0,05$).

Tempo (h)	Método	Média	Desvio padrão	Erro padrão	Limites de intervalo de confiança (95%)		Teste de Bonferroni
					inferior	superior	
24	Microondas	0.651	0.0470	0.0136	0.621	0.681	A
	Convencional	0.623	0.0230	0.0066	0.608	0.637	A
48	Microondas	0.413	0.0367	0.0106	0.390	0.437	A
	Convencional	0.408	0.0163	0.0047	0.397	0.418	A
72	Microondas	0.396	0.0438	0.0126	0.369	0.424	A
	Convencional	0.393	0.0131	0.0038	0.385	0.402	A
96	Microondas	0.288	0.0277	0.0080	0.271	0.306	A
	Convencional	0.296	0.0158	0.0045	0.286	0.306	A
120	Microondas	0.301	0.0366	0.0106	0.277	0.324	A
	Convencional	0.303	0.0123	0.0035	0.295	0.311	A
144	Microondas	0.224	0.0270	0.0078	0.207	0.241	A
	Convencional	0.224	0.0125	0.0036	0.216	0.232	A
168	Microondas	0.251	0.0241	0.0070	0.235	0.266	A
	Convencional	0.270	0.0162	0.0047	0.260	0.281	B

O teste de Bonferroni somente oferece indícios de diferença entre as médias dos níveis do fator método no tempo de 168 h. Em todos os demais períodos não há indícios de que existam diferenças entre as médias de tempo.

Um segundo estudo se faz necessário com objetivo de se estudar o efeito do tempo. Como o fator tempo é quantitativo, recomenda-se um estudo através da análise de regressão.

Uma vez que foram detectados indícios do efeito da interação entre o tempo e o método, é necessário o desdobramento da análise de forma que se teste o efeito do tempo dentro de cada um dos tratamentos.

Um primeiro quadro traz o teste dos modelos de regressão aplicados.

Tabela 26. Desdobramento dos efeitos do tempo dentro dos níveis de método através de regressões lineares.

Causa de variação	GL	Soma de quadrados	Quadrados médios	Valor F	Pr > F
Método	1	0,00004751	0,00004751	0,02	0,8944
Resíduo (A)	22	0,05801427	0,00263701		
Parcela	23	0,05806178			
Tempo	6	1,71313102	0,28552184	1652,66	<,0001
Regressões lineares					
Convencional	2	1,18616000	0,59308000	3434,16	<,0001
Microondas	2	1,43030000	0,71515000	4140,99	<,0001
Método*Tempo	6	0,00458328	0,00076388	4,42	0,0004
Resíduo (B)	132	0,02280498	0,00017277		
Total corrigido	167	1,79858107			
R ² : 98,73%	C.V. 2,22				

São observados fortes indícios de que os modelos de regressão polinomial de segundo grau testados são significativos o que garante a validade do modelo no estudo do efeito do tempo na liberação de metilmetacrilato.

Uma vez determinada a significância dos modelos, parte-se para o desenvolvimento dos mesmos e chega-se às seguintes equações:

$$\text{Microondas: Metilmetacrilato} = 0,78058 - 0,00751 * \text{Tempo (h)} + 0,00002615 * \text{Tempo (h)}$$

$$^2 ** R^2: 87,62$$

$$\text{Convencional: Metilmetacrilato} = 0,74621 - 0,00698 * \text{Tempo (h)} + 0,00002463 * \text{Tempo (h)}^2$$

** $R^2: 91,63$

Os dois modelos recebem a sinalização de dois asteriscos que indica que ambos são altamente significativos ($p < 0,01$) e os respectivos valores do coeficiente de determinação (R^2). Os dois valores de coeficientes de determinação são bastante altos e indicam uma boa adequação do modelo aos dados já que ambos indicam serem capazes de representar aproximadamente 90% da variação total observada na variável o que é um excelente índice.

9.9 Análise estatística da liberação de butilmetacrilato

Em vista do objetivo proposto para a análise desta variável, foi aplicada uma análise de regressão linear objetivando estudar a quantidade do produto em função.

Análise de variância da regressão

Inicialmente é apresentado o quadro de análise de variância da análise de regressão linear na Tabela 27.

Tabela 27. Análise de variância do modelo de regressão que avalia a liberação de *Butilmetacrilato final* ($\mu\text{g.cm}^{-2}$) em função do tempo.

Causa de variação	GL	Soma de quadrados	Quadrados médios	Valor F	Pr > F
Modelo	1	1.57701	1.57701	275.03	<.0001
Resíduo	82	0.47018	0.00573		
Total corrigido	83	2.04718			
R^2 : 77,03%	C.V. 8,99				

Inicialmente, o quadro de análise de variância dá indícios de que o modelo é altamente significativo dando indícios de que há efeito significativo do tempo na liberação de butametacrilato. O coeficiente de determinação (R^2) mostra que o modelo é capaz de explicar aproximadamente 77,03% da variação total da variável de resposta e o coeficiente de variação, menor que 10% nos dá indícios de que há uma pequena dispersão dos dados em torno da média.