

Influência de um ciclo de aquecimento por microondas na microdureza e temperatura de transição vítrea de resinas acrílicas

Influence of a microwave cycle on microhardness and glass transition temperature of some acrylic denture base resin

Cíntia de Vasconcellos Machado*

Carmen Beatriz Borges Fortes**

Cesar Liberato Petzhold***

Valter Stefani****

Susana Maria Werner Samuel*****

Resumo

A proposta deste estudo foi avaliar a influência de um ciclo de aquecimento em forno de microondas, indicado para desinfecção, sobre a microdureza Knoop e a temperatura de transição vítrea (Tg) de três tipos de resinas acrílicas: termopolimerizável (Clássico®, Art. Clássico, São Paulo, SP), autopolimerizável (Jet®, Art. Clássico, São Paulo, SP) e polimerizada por energia de microondas (Onda-Cryl®, Art. Clássico, São Paulo, SP). Para o ensaio de microdureza, foram confeccionados quatro corpos-de-prova de cada tipo de resina acrílica, com 2,2 cm de lado e 2 mm de espessura. Após a obtenção das médias de microdureza, os corpos-de-prova foram submetidos ao ciclo de aquecimento em forno de microondas por um minuto a 850W, sendo então novamente avaliados quanto à microdureza. Para a obtenção da Tg (°C), determinada por meio da calorimetria exploratória diferencial (DSC), foram confeccionados seis corpos-de-prova para cada tipo de resina acrílica, nas mesmas dimensões dos anteriores, sendo três utilizados como controle e três submetidos ao ciclo de aquecimento em forno de microondas durante um minuto a 850W. Os dados obtidos para microdureza foram submetidos ao teste t

de Student pareado e os de Tg, ao teste t de Student não pareado. Os resultados mostraram um aumento significativo na microdureza para a resina polimerizada por energia de microondas e uma diminuição significativa da Tg para a resina acrílica termopolimerizável. É possível concluir que um ciclo de aquecimento em forno de microondas aumentou a microdureza da resina de microondas testada e diminuiu a Tg da resina termopolimerizável, servindo de alerta para avaliar com maior cuidado a relação custo/benefício da técnica proposta.

Palavras-chave: resinas acrílicas, microondas, microdureza, temperatura de transição vítrea, desinfecção.

Introdução

Vários tipos de resinas acrílicas a base de polimetacrilato de metila (PMMA) são largamente utilizados em odontologia. Dentre as suas inúmeras aplicações podem-se citar a confecção de aparelhos ortodônticos removíveis, base de dentaduras, placas para bruxismo, restaurações provisórias, moldadeiras individuais, casquetes, reparos, reembasamentos e moldagens de núcleos (PEYTON, 1975; LEE e LAI, 2002).

Diversas são as técnicas para a polimerização de resinas acrílicas, dentre as quais estão a polimerização por banho de água aquecida, a polimerização química e a polimerização por energia de microondas, que vem ganhando cada vez mais adeptos em razão de sua facilidade de manuseio e rapidez (SHIBAYAMA et al., 2002).

Considerando-se o aumento na prevalência de doenças infecto-

* Aluna do curso de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, UFRGS.

** Professora de Materiais Dentários da UFRGS. Mestre em Odontologia pela UFRGS. Aluna do curso de Doutorado em Ciência dos Materiais pelo Instituto de Química da UFRGS.

*** Professor do Instituto de Química, UFRGS. Mestre em Química pela UFRGS. Doutor em Chemie und Pharmazie pela JGUM, Alemanha.

**** Professor do Instituto de Química da UFRGS. Mestre e Doutor em Ciências Químicas, UAM, Madrid, Espanha. Pós-Doutorado pela CSIC, Espanha.

***** Professora de Materiais Dentários e do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da UFRGS. Doutora em Materiais Dentários pela Unicamp.

Recebido: 09.03.2005 Aceito: 13.05.2005

contagiosas, existe uma crescente preocupação com o controle da infecção cruzada durante o tratamento odontológico (POLYZOIS et al., 1995). Evidências científicas têm mostrado que aparatos como moldeiras, impressões, modelos e próteses são fontes potenciais de contaminação cruzada de pacientes, cirurgiões-dentistas e técnicos (WAKEFIELD, 1980).

Dentre os métodos mais comumente utilizados para desinfecção podem-se citar a imersão em soluções de glutaraldeído, hipoclorito de sódio e clorexidina. Da mesma forma, têm sido realizados estudos nos quais é proposta uma técnica alternativa de desinfecção de materiais, pela utilização da energia de microondas (YOUNG, et al., 1985, POLYZOIS et al., 1995; DIXON, BREEDING e FALER, 1999; BANTING e HILL, 2001; NEPPELENBROEK et al., 2003).

Young et al. (1985) obtiveram uma completa inativação de quatro tipos de vírus inoculados em máscaras nasais para anestesia após 4min de exposição às microondas. Banting e Hill (2001) verificaram que, três meses após a irradiação de próteses totais superiores contaminadas com *Candida albicans* durante 1min a 850W, 8% das amostras apresentavam cepas do fungo, ao passo que 63% das próteses desinfetadas com digluconato de clorexidina (2%) apresentavam cepas do microorganismo. Neppelenbroek et al. (2003) constataram uma esterilização consistente de três tipos de resinas para reembasamento inoculadas com diferentes microorganismos, quando submetidas a um ciclo de 6min a 650W de potência em forno de microondas.

A dureza também tem sido frequentemente utilizada como um referencial quanto à capacidade de um material resistir ao desgaste e à abrasão. Polyzois et al. (1995) não encontraram alteração significativa nas propriedades flexurais de uma resina acrílica termopoli-merizável (Paladon 65®, Kulzer, Hanau, Germany), quando submetida a diferentes ciclos em forno de microondas, durante 3 e 15min, a 500W de potência. Entretanto, constataram um pequeno aumento na microdureza da resina.

De acordo com Dixon, Breeding e Faler (1999), repetidos ciclos de 5min de irradiação de microondas alteraram a dureza de uma resina para reembasamento (PermaSoft®, Austenal, York, US).

A temperatura de transição vítrea (Tg) é um importante evento térmico que pode ser utilizado para a caracterização de plásticos e outros materiais amorfos ou semicristalinos, permitindo prever o comportamento de um material em face de uma determinada temperatura. Quando um polímero é aquecido até a sua temperatura de transição vítrea, podem ocorrer diversas alterações nas suas propriedades físicas (McCABE e WILSON, 1980).

McCabe e Wilson, em 1980, utilizaram a calorimetria exploratória diferencial (DSC) com o objetivo de determinar a Tg de diferentes materiais para base de dentaduras. Verificaram que não seria possível estabelecer um valor ideal de Tg para os mesmos, apesar de considerarem vantajosa uma Tg de aproximadamente 100 °C, já que essa temperatura, clinicamente, jamais seria atingida, garantindo, assim, estabilidade ao material.

Considerando a larga utilização das resinas acrílicas e a proposta de utilização do forno de microondas como processo alternativo de desinfecção após a polimerização do material, este estudo avaliou sua influência sobre as propriedades de microdureza e temperatura de transição vítrea (Tg) de uma resina acrílica termopoli-merizável, uma autopolimerizável e uma polimerizada por energia de microondas.

Materiais e método

Os materiais utilizados para a confecção dos corpos-de-prova estão apresentados no Quadro 1.

Para a confecção dos corpos-de-prova foram utilizados padrões de silicona em forma de lâmina quadrada, medindo 2,2 cm de lado e 2 mm de espessura, os quais foram incluídos em muflas plásticas, reforçadas com fibra de vidro, para as resinas autopolimerizáveis e de microondas, e em muflas metálicas, para a resina de termopolimerização, utilizando gesso comum tipo II (Mossoró®, Mossoró S/A, Rio de Janeiro, RJ), proporcionado conforme as instruções do fabricante. Após a inclusão do padrão de silicona e a cristalização do gesso, o padrão de silicona foi removido, uma vez que serviu apenas para manter o espaço padronizado no interior do gesso na mufla.

A seguir, as resinas foram misturadas num pote para resina acrílica, de forma que os procedimentos de proporção e manipulação das três seguissem as orientações do fabricante. Em seguida, foram levadas às muflas, fazendo-se uma prensagem preliminar com papel celofane e outra sem no espaço deixado pelo padrão de silicona. Após, foram realizados os seguintes experimentos:

a) *Resina acrílica termopolimerizável (Clássico®)* – foi utilizado o ciclo de polimerização recomendado por Anusavice (1998), classificado como ciclo curto de polimerização de resinas acrílicas termicamente ativadas: a mufla foi colocada imersa em água na polimerizadora (Owa Labor 707.04®, Germany), permanecendo durante 90min à temperatura de 65 °C e 60min a 100 °C. Após esse período de tempo, foram aguardados 30min antes de retirar a mufla da polimerizadora, que, a seguir, foi colocada na bancada de trabalho até o seu completo resfriamento (duas horas);

Resina	Fabricante	Pó	Líquido
Clássico® - resina acrílica termopolimerizável	Artigos Odontológicos Clássico Ltda.	Polimetacrilato de metila Ftalato de butila Peróxido de benzoíla	Metacrilato de metila Topanol
Jet® - resina acrílica autopolimerizável	Artigos Odontológicos Clássico Ltda.	Polimetacrilato de metila Ftalato de butila Peróxido de benzoíla	Metacrilato de metila Topanol Amina terciária
Onda-Cryl® - resina acrílica olimerizada em microondas	Artigos Odontológicos Clássico Ltda.	co-polímero de metil- metacrilato e etilacrilato bibutil ftalato peróxido de benzoíla	Metacrilato de metila Topanol Etilenoglicol dimetacrilato

Quadro 1 - Resinas acrílicas utilizadas, fabricante e composição

b) *Resina acrílica autopolimerizável (Jet®)* – a mufla foi deixada na bancada de trabalho durante duas horas, aguardando-se a completa polimerização do material;

c) *Resina acrílica polimerizada por energia de microondas (Onda-Cryl®)* – a mufla foi levada ao forno de microondas (LG® Electronics da Amazônia Ltda., Manaus, AM) e submetida ao ciclo indicado pelo fabricante da resina, ou seja, 3min na potência de 400W, 4min na potência zero e 3min na potência de 800W. Após, a mufla foi retirada do microondas e colocada na bancada de trabalho até o seu completo resfriamento (duas horas).

Após a polimerização dos três tipos de resina, foram realizados os procedimentos de acabamento e polimento para remover excessos de material.

A variável entre grupo-de-controle e experimental para cada tipo de resina acrílica foi a realização do ciclo de aquecimento em forno de microondas durante um minuto a 850W de potência, para simular um ciclo proposto como alternativa para a desinfecção de resinas acrílicas.

Ensaio de microdureza

Para a realização deste ensaio foram confeccionados quatro corpos-de-prova para cada tipo de resina, cada um servindo como seu próprio controle, pois o ensaio não foi destrutivo. Para este ensaio foi empregado o “NU Research Microscope®” (VEB Carl Zeiss JENA – Germany), no qual foi aplicada uma carga de 100g durante 15s, sendo realizadas quatro repetições por corpo-de-prova. O valor da diagonal, medido em micrometros a partir de uma escala na ocular do microscópio, a carga aplicada (c) e uma constante (14.228) permitiram que se realizasse o cálculo da microdureza Knoop, de acordo com a equação:

$$KHN = \frac{14228 \times c}{d^2}$$

Ensaio para determinação da temperatura de transição vítrea (Tg)

A Tg foi avaliada pelo método termoanalítico denominado “calorimetria exploratória diferencial” (DSC). Para a realização deste ensaio, foram confeccionados seis corpos-de-prova para cada tipo de resina acrílica, dos quais três foram utilizados como controle e os demais, submetidos ao ciclo de aquecimento em forno de microondas.

Para esta análise utilizou-se um calorímetro (TA Instruments, New Castle, US), que permite comparar a temperatura da amostra com a temperatura de um sistema de referência. As amostras foram inseridas em cápsulas de alumínio, sendo submetidas a um fluxo de calor numa atmosfera de gás nitrogênio. A diferença de fluxo de calor entre a amostra e o sistema de referência determina uma mudança na linha de base do gráfico, produzindo um desnível que representa a Tg da amostra.

Os resultados obtidos com o ensaio de microdureza foram submetidos à análise estatística pelo teste “t” de Student para amostras pareadas, e os resultados obtidos da Tg foram submetidos ao teste “t” de Student para amostras não pareadas, ambos com um nível de significância de 5%.

Resultados

A Tabela 1 indica as médias e os desvios-padrão dos valores de microdureza Knoop obtidos para os três tipos de resina acrílica antes e após terem sido submetidas ao ciclo de aquecimento em forno de microondas.

Tabela 1 - Médias e desvios-padrão da microdureza Knoop dos três tipos de resina acrílica antes e após serem submetidas ao ciclo de aquecimento em forno de microondas

Grupos	Ciclo adicional	
	antes	após
T	19,49 ± 0,19	20,35 ± 0,75
A	18,62 ± 1,53	19,07 ± 0,83
M	18,68 ± 0,98 *	22,58 ± 1,77 *

* Diferença significativa. T: termopolimerizáveis; A: autopolimerizáveis; M: de microondas.

De acordo com o teste “t” de Student para amostras pareadas, houve diferença significativa entre os valores de microdureza antes e após o tratamento com microondas apenas para o grupo das resinas acrílicas polimerizadas por energia de microondas.

A Tabela 2 apresenta as médias e os desvios-padrão dos valores de Tg encontrados para os diferentes tipos de resinas acrílicas, para os grupos de controle e tratados com o ciclo de aquecimento em forno de microondas.

Tabela 2 - Médias e desvios-padrão para os valores de temperatura de transição vítrea (Tg °C), para os grupos de controle e tratados com o ciclo de aquecimento em forno de microondas, para os três tipos de resinas acrílicas

Grupos	Ciclo adicional	
	Controle	Tratadas
T	103,65 ± 1,12 *	94,66 ± 1,18 *
A	98,88 ± 2,45	95,22 ± 3,11
M	111,30 ± 5,32	108,38 ± 6,00

* diferença significativa. T: termopolimerizáveis; A: autopolimerizáveis; M: de microondas.

O teste “t” de Student para amostras não pareadas mostrou uma diminuição significativa na Tg das resinas acrílicas termopolimerizáveis.

Discussão

No presente estudo foi utilizado um ciclo de desinfecção de um minuto em microondas, a 850W, o qual foi proposto por Banting e Hill em 2001. Segundo os autores, esse ciclo seria apropriado para a desinfecção de próteses totais, por eliminar a maior parte das colônias de *C. albicans* sem causar distorção nas dentaduras. Outros autores, como Neppelenbroek et al. (2003), utilizaram ciclos mais longos de desinfecção em microondas, constatando que o ciclo de 6min a 650W foi eficaz na esterilização de resinas acrílicas inoculadas com diferentes microrganismos.

Os resultados obtidos no ensaio de dureza Knoop mostraram que um ciclo de aquecimento em forno de microondas por um minuto a 850W aumentou os valores de microdureza da resina acrílica fabricada para polimerização em forno de microondas (Onda-Cryl®).

Esses resultados estão de acordo com os obtidos por Polyzois et al. (1995), embora estes autores tenham empregado uma resina de termopolimerização (Paladon 65®) e não uma especialmente fabricada para uso em forno de microondas. Ciclos adicionais com o propósito de desinfecção em microondas (3 e 15min a 500W) levaram a um aumento dos valores de microdureza das amostras, quando comparadas com os controles, os quais foram imersos em água por uma ou 12 horas. Entretanto, apesar de verificadas essas diferenças na microdureza Vickers entre os grupos, os autores não consideraram esse aumento clinicamente significativo. Já, no estudo de Dixon, Breeding e Faler (1999), repetidos ciclos de irradiação com microondas por 5min numa frequência de 60Hz diminuíram a dureza Shore A de um material para reembasamento de próteses (PermaSoft®), embora não tenha sido verificada uma mudança significativa na dureza da resina acrílica termopolimerizável utilizada (Lucitone 199®). A dureza Shore A pode ser utilizada para medir a dureza de alguns materiais dentários, como borrachas e plásticos. Da mesma forma que a dureza Knoop e Vickers, este teste é baseado na resistência à penetração, embora seja menos sofisticado que os anteriores (ANUSAVICE, 1998).

Como pode ser observado, os valores de dureza foram apresentados segundo diferentes métodos, com parâmetros diversos (Knoop, Vickers e Shore A). Mesmo que não seja possível uma comparação numérica direta entre os valores dos trabalhos referidos e o presente estudo, as propriedades dos diversos tipos de resina seguem um mesmo padrão, ou seja, a dureza tendeu a aumentar com um aquecimento adicional.

Tanto a resina acrílica termopolimerizável (Clássico®) quanto a de polimerização química (Jet®) avaliadas neste trabalho tiveram um pequeno aumento nos valores de microdureza Knoop após terem sido submetidas ao ciclo de aquecimento em forno de microondas, embora esse aumento não tenha sido significativo. Uma possível justificativa para o aumento dos valores

de dureza da resina acrílica para microondas (Onda-Cryl®) seria a ocorrência de uma maior reticulação (compactação) das cadeias após um novo ciclo de polimerização.

O resultado esperado para a temperatura de transição vítrea seria de que aumentasse, porém houve uma diminuição estatisticamente significativa para a resina acrílica de termopolimerização. Esse fato poderia ser explicado por uma possível plastificação do material após o tratamento com o microondas, ou seja, uma difusão da solução salina para dentro do polímero, já que se trata de um material amorfo.

A temperatura de uma prótese total varia consideravelmente quando em uso, pois é submetida constantemente a mudanças de temperatura em virtude da ingestão de alimentos e líquidos quentes e frios. O aumento da temperatura do material aproxima-o de sua temperatura de transição vítrea, o que pode resultar numa deformação rápida e irreversível (McCABE e WILSON, 1980). Segundo os autores, quando a Tg do material é alcançada, as vibrações dos segmentos das cadeias são tão intensas que afetam toda a cadeia polimérica, assim como as posições dessas cadeias no polímero são alteradas por difusão. Os valores de Tg obtidos após o tratamento com o microondas foram significativamente menores para as resinas acrílicas termopolimerizáveis, que, portanto, foram as mais sensíveis ao ciclo de aquecimento em forno de microondas.

O entendimento da relação entre as características físico-mecânicas do material e suas propriedades finais é de fundamental importância para a obtenção de uma resina com propriedades desejáveis (AZZARRI, CORTIZO e ALESSANDRINI, 2003). O comportamento dos três tipos de resinas acrílicas perante o ciclo de aquecimento em forno de microondas, em relação à microdureza e à temperatura de transição vítrea, serve de alerta para se avaliar com maior cuidado a relação custo/benefício da técnica proposta.

É importante lembrar que, neste trabalho, apenas um ciclo adicional em forno de microondas já foi

suficiente para provocar alterações em alguns materiais. O procedimento de desinfecção desse tipo de material deve ser freqüente em algumas situações, como no caso de pacientes idosos portadores de próteses totais, que apresentam dificuldade de higienização das mesmas, podendo favorecer a infecção por *C. albicans*, fator importante na causa da mucosite protética. Portanto, é de se esperar que numa resina acrílica submetida a um maior número de ciclos de desinfecção em forno de microondas, os efeitos sejam ainda maiores, inviabilizando por completo a técnica proposta.

Conclusões

Pode-se concluir, com base nos resultados deste estudo, que um ciclo adicional de aquecimento em forno de microondas, por um minuto, a 850W de potência, interferiu nas propriedades de microdureza Knoop e temperatura de transição vítrea (Tg) de algumas resinas acrílicas. Os valores de microdureza aumentaram significativamente para a resina de microondas (Onda-Cryl®), ao passo que os valores de Tg diminuíram significativamente para a resina termopolimerizável utilizada (Clássico®).

Abstract

The aim of this study was to evaluate the effect of a microwave cycle, used as a disinfection method, on the Knoop microhardness and glass transition temperature of one heat-polymerized acrylic resin (Clássico), a self-curing one (Jet) and a microwave-polymerized one (Onda-Cryl), all of them manufactured by Artigos Odontológicos Clássico Ltda. For the microhardness testing, four specimens were used of each denture base materials (2,2 x 2,2 x 2mm). A one minute exposure to microwaves, at 850W, was used as disinfection procedure. For the glass transition temperature (°C), determined by the Differential Scanning Calorimetry (DSC), six specimens were fabricated, where three were used as controls and the other half, irradiated with a microwave cycle for one minute at 850W (microhardness - linked Student's t test

and glass transition temperature – not-linked Student's t test). The results showed a significant increase on the mean microhardness values for the microwave-polymerized acrylic resin and a significant decrease of the glass transition temperature for the heat-polymerized group. According to the results, it is possible to conclude that a microwave cycle increased the microhardness of the microwave-polymerized acrylic resin and decreased the glass transition temperature of the heat-polymerized acrylic resin.

Key words: acrylic resin, microwaves, microhardness, glass transition temperature, disinfection.

Referências

- ANUSAVICE, K. J. *Phillips materiais dentários*. 10. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998. 412 p.
- AZZARRI, M. J.; CORTIZO, M. S.; ALESSANDRINI, J. L. Effect of the curing conditions on the proprieties of an acrylic denture base resin microwave-polymerised. *J Dent*, v. 31, n.7, p. 463-468, Sept. 2003.
- BANTING, D. W.; HILL, S. A. Microwave disinfection of dentures for the treatment of oral candidiasis. *Spec Care Dentist*, v. 21, n. 1, p. 4-8, Jan./Feb. 2001.
- DIXON, D. L.; BREEDING, L. C.; FALER, T. A. Microwave disinfection of denture base materials colonized with *C albicans*. *J Prosthet Dent*, v. 81, n. 2, p. 207-214, Feb. 1999.
- LEE, S. Y. e LAI, Y. L. Influence of polymerization conditions on monomer elution and microhardness of autopolymerized polymethyl methacrylate resin. *Eur J Oral Sci*, v. 110, n. 2, p. 179-183, Apr. 2002.
- McCABE, J. F.; WILSON, H. J. The use of differential scanning calorimetry for the evaluation of dental materials. *J Oral Rehabil*, v. 7, n. 3, p. 235-243, May 1980.

NEPPELENBROEK, K. H. et al. Effectiveness of microwave sterilization on three hard chairside relined resins. *Int J Prosthodont*, v. 16, n. 6, p. 616-620, Nov./Dec. 2003.

PEYTON, F. History of resins in dentistry. *Dent Clin North Am*, v. 19, n. 2, p. 211-222, Apr. 1975.

POLYZOIS, G. L. et al. The effect of glutaraldehyde and microwave disinfection on some properties of acrylic denture resin. *Int J Prosthodont*, v. 8, n. 2, p. 150-154, Mar./Apr. 1995.

SHIBAYAMA, R. et al. Utilização da energia de microondas no processamento de próteses totais. *Rev Odontol Araçatuba*, v. 23, n. 2, p. 32-34, ago./dez. 2002.

WAKEFIELD, C. W. Laboratory contamination of dental prostheses. *J Prosthet Dent*, v. 44, n. 2, p. 143-146, Aug. 1980.

YOUNG, S. K. et al. Microwave sterilization of nitrous oxide nasal hoods contaminated with virus. *Oral Surg*, v. 60, n. 6, p. 581-585, Dec. 1985.

Endereço para correspondência

Susana Maria Werner Samuel
Ramiro Barcelos, 2492
CEP 90053-003 - PORTO ALEGRE - RS
Fone: (51) 3316-5197
E-mail: samuels@adufgrs.ufrgs.br