



INFLUÊNCIA DO PROCESSO DE RETICULAÇÃO NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DO POLI(DIMETILSILOXANO) (PDMS)¹

Bárbara Monteiro Pessoa Fernandes²

Ricardo Pondé Weber³

Amal Elzubair⁴

João Carlos Miguez Suarez⁵

Resumo

No presente trabalho foi estudada a influência do processo de reticulação sobre o comportamento mecânico de um compósito com matriz de poli(dimetilsiloxano) (PDMS) reforçada por partículas inorgânicas, utilizado como material de moldagem odontológico. O material foi reticulado quimicamente e por exposição à radiação gama na dose de 400 kGy. As propriedades do material, antes e após reticulação, foram avaliadas por meio de ensaios físico-químicos, mecânicos e exame microscópico. Os resultados dos ensaios do compósito mostraram que a reticulação por irradiação gama, quando comparada com a química, produz um material com maior grau de reticulação, melhor molhabilidade, adequada dureza e baixa fragilidade. Todavia, a avaliação microscópica mostrou que o PDMS reticulado por irradiação gama apresenta, em relação ao material reticulado quimicamente, uma maior quantidade de defeitos superficiais devido a uma grande liberação de gases. Pode-se afirmar como conclusão final que o processo de irradiação gama é adequado para a reticulação do compósito de PDMS estudado, desde que se consiga reduzir a quantidade de gases resultantes do processo.

Palavras-chave: Poli(dimetilsiloxano); Reticulação; "Cura" química; Irradiação gama; Comportamento mecânico.

INFLUENCE OF CROSSLINKING PROCESS ON THE MECHANICAL BEHAVIOR OF POLY(DIMETHYLSILOXANE) (PDMS)

Abstract

In the present work was studied the influence of the crosslinking process on the mechanical behavior of a composite with a poly(dimethylsiloxane) (PDMS) matrix filled with inorganic particles, used as dental impression material. The material was crosslinked chemically and by exposition to 400kGy gamma radiation dose. The material properties, before and after crosslinking, were analyzed through physical-chemical and mechanical tests and microscopic exam. The results showed that the gamma irradiation, as compared to chemical cure process, produced higher degree of crosslinking, better wettability, adjusted hardness and low fragility. However, the microscopic exam showed that the gamma irradiated PDMS presents, as compared with the chemical cure, a greater number of defaults which resulted from the large concentration of released gases. The results allowed us to conclude that gamma irradiation is an adequate process to crosslink the studied PDMS composite, since we can reduce the quantity of gases formed in this process.

Keywords: Poly(dimethylsiloxane); Crosslinking; Chemical cure; Gamma irradiation; Mechanical behavior.

¹ Contribuição técnica ao 65º Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Dentista e Mestre em Ciências, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ.

³ Engenheiro e Mestre em Ciências, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ.

⁴ Físico e Doutor em Ciências, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ.

⁵ Sócio da ABM, Engenheiro e Doutor em Ciências, Professor Emérito, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ.

1 INTRODUÇÃO

Os polímeros, na forma de óleos, resinas e gomas, vêm sendo utilizados desde a antiguidade pelos seres humanos em quase todos os ramos industriais, dentre os quais pode ser destacada a área odontológica. Dentre os polímeros podem ser destacados os poliorganosiloxanos, também conhecidos como “silicones”, que têm sido reconhecidos, desde a sua introdução comercial na década de 40, como uma importante classe de polímeros contendo um esqueleto inorgânico.^(1,2)

O poli(dimetilsiloxano) tem aplicação em diversas áreas, das quais pode-se destacar a odontológica, onde é usado como material de moldagem, sendo denominado, comumente, “silicone de condensação”. Os materiais de moldagem são usados para reproduzir uma réplica detalhada dos dentes e dos tecidos da cavidade oral, a partir da qual se constrói um modelo para a fabricação, por exemplo, de próteses totais, parciais ou fixas. Os materiais de moldagem, que são fluidos na temperatura ambiente, podem ser endurecidos por reticulação (formação de uma rede tridimensional com ligações cruzadas) e pela inclusão de agentes de reforço, formando-se compósitos com maior resistência mecânica. Em consequência, o “silicone de condensação”, devido às boas propriedades mecânicas do compósito e ao seu baixo custo, é, em relação a outros tipos de elastômeros comerciais, o material de moldagem elastomérico mais utilizado na odontologia.⁽³⁻⁵⁾

O objetivo do presente trabalho foi estudar a influência do processo de reticulação sobre o comportamento mecânico de um compósito com matriz de poli(dimetilsiloxano) (PDMS) reforçada por partículas inorgânicas, conhecido como “silicone de condensação” e utilizado como material de moldagem odontológico.

2 EXPERIMENTAL

No presente trabalho foi estudada uma amostra comercial de poli(dimetilsiloxano) (PDMS) marca Speedex[®] Putty, fabricada pela empresa Coltène AG (Altstätten, Suíça), distribuída por Vigodent S/A Indústria e Comércio (Rio de Janeiro, RJ) e adquirida no comércio do Rio de Janeiro, RJ. O Speedex[®] Putty é um compósito com matriz de PDMS reforçada com partículas de quartzo, padronizado pela norma ISO 4823:2000 como Tipo 0 de alta viscosidade⁽⁶⁾ e pela Especificação ADA n° 19, 2004, como Tipo I de alta viscosidade.⁽⁷⁾

Foram produzidas, a partir deste material, placas redondas com cerca de 90mm de diâmetro e 3,0mm de espessura, por compressão e na temperatura ambiente. A produção das placas foi realizada de acordo com as instruções do distribuidor/fabricante,^(8,9) onde está especificado que o tempo de trabalho total para a confecção do molde deve ser distribuído em três períodos de tempo, conforme o seguinte: 45 segundos para a mistura, 1,5 minutos para o tempo máximo de trabalho e 3 minutos para a fixação oral.

As placas produzidas foram separadas em dois Grupos de Avaliação designados, respectivamente, pelas letras A e B. As placas do Grupo A foram moldadas e reticuladas quimicamente, enquanto que as do Grupo B foram moldadas e, posteriormente, reticuladas por irradiação gama na dose de 400 kGy. Foram produzidas, por grupo, 24 placas com 90 mm de diâmetro.

Na caracterização do compósito de PDMS reticulado, quimicamente e por irradiação gama, foram empregados ensaios físico-químicos (determinação do grau de reticulação, espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e molhabilidade), ensaios mecânicos (dureza e tração) e exame microscópico.



Foi calculada a percentagem de gel do compósito, considerada como a medida do grau de reticulação do material. A percentagem de gel das amostras reticuladas foi determinada a partir do inchamento das amostras de PDMS em tolueno.⁽¹⁰⁻¹²⁾ A secagem do gel e do material solúvel extraído foi feita em ambiente natural por 72 horas, até obtenção de peso constante.

A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) foi executada em um espectrômetro Shimadzu, modelo IR Prestige-21, na região entre 4000-400cm⁻¹, com resolução de 2cm⁻¹ e 80 varreduras por ensaio. Os espectros foram processados em um gerenciador de dados IR Solution, empregando-se a técnica de refletância total atenuada (ATR) utilizando-se cristal de ZnSe. Foram empregadas amostras recortadas das placas do compósito de PDMS, em cada grupo de avaliação. Os espectrogramas obtidos foram comparados com os de bancos de dados, procurando-se identificar os “picos” detectados na amostra pela comparação dos mesmos com os encontrados na literatura.

A determinação da molhabilidade do compósito de PDMS reticulado foi realizada à temperatura ambiente medindo-se a energia superficial de amostras do material em relação a uma gota de água destilada e calculando-se o ângulo de contato. O ensaio foi realizado em um goniômetro marca First Ten Ångstroms, modelo FTA 100 em três placas de cada grupo de avaliação, fazendo-se três leituras por placa.

O ensaio de dureza Shore foi realizado em um durômetro digital marca Time, modelo TH 200, na escala A, conforme a norma ASTM D2240.⁽¹³⁾ Foram utilizados corpos de prova (CP's) formados pelo empilhamento de 3 placas, onde a camada inferior foi composta, nas duas condições, com um disco de PDMS reticulado quimicamente (grupo A), enquanto que as demais duas camadas foram constituídas com o material na condição a ser avaliada (A ou B). Foram ensaiadas três CP's por condição, realizando-se seis impressões por amostra e determinando-se um valor médio de dureza Shore A para cada condição do compósito de PDMS reticulado.

O ensaio de tração foi realizado em uma máquina universal de ensaios marca EMIC modelo DL10000, segundo a norma ASTM D412,⁽¹⁴⁾ na velocidade de 500 mm/min e na temperatura ambiente. Foram ensaiados seis corpos de prova do compósito de PDMS reticulado quimicamente, tendo sido calculados os valores médios de resistência e de alongamento do material.

As placas do compósito de PDMS reticulado, quimicamente e por irradiação gama, foram examinadas visualmente objetivando analisar as condições superficiais apresentadas pelas mesmas após cada processo de reticulação.

A observação da superfície das amostras foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura (SEM), marca JEOL, modelo JSM 5800LV, após recobrimento com ouro, em uma câmara de vácuo.

No exame microscópico do compósito de PDMS reticulado, quimicamente e por irradiação gama, foi empregado um microscópio eletrônico de varredura, marca Jeol, modelo JSM 5800LV, tendo sido realizados exame superficial e exame fratográfico.

O exame superficial foi realizado observando-se diretamente a superfície dos corpos de prova (CP's) utilizados no ensaio de molhabilidade, procurando-se relacionar as possíveis alterações apresentadas pelo material com as diferentes condições de reticulação. Os CP's, antes do exame, foram recobertos com carbono em câmara a vácuo, sem qualquer preparação adicional.

O exame fratográfico teve como objetivo fazer uma previsão do comportamento na fratura do compósito de PDMS reticulado, procurando-se verificar se o tipo de reticulação influencia o modo de fratura do material. No exame foi observada a



topografia das superfícies de fratura resultantes da quebra mecânica de CP's extraídos das placas, após a sua imersão em nitrogênio líquido, em cada condição de reticulação. As superfícies de fratura criogênica foram, antes do exame, recobertas com ouro, em câmara a vácuo, sem qualquer preparação adicional.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Determinação do Grau de Reticulação

A Tabela 1 apresenta os valores determinados para o grau de reticulação das amostras de PDMS reticulado, expresso como o percentual de gel, para cada grupo de avaliação.

Tabela 1. Grau de reticulação do PDMS, para cada grupo de avaliação

Grupo de avaliação	Grau de reticulação (%)	Desvio padrão
A	91	3,40
B	92	4,94

Verifica-se que o compósito de PDMS reticulado por irradiação gama na dose de 400 kGy apresenta um grau de reticulação levemente superior ao da reticulação química. Todavia, pode-se afirmar que o tipo de "cura" praticamente não influenciou o grau de reticulação do compósito de PDMS, pois o pequeno aumento observado no material irradiado está compensado pelo maior desvio padrão obtido. Observa-se, ainda, que as amostras dos dois grupos apresentam, quando manuseadas, um similar comportamento borrachoso, permitindo concluir que, considerando que este comportamento está relacionado a maior ou menor densidade de ligações cruzadas, que os valores determinados para o grau de reticulação devem estar coerentes.⁽¹⁵⁾

3.2 Espectroscopia na Região do Infravermelho (FTIR)

A Figura 1 apresenta espectrogramas típicos resultantes da espectroscopia na região do infravermelho por transformada de Fourier do compósito de PDMS, nas duas condições de reticulação, química e irradiado com 400kGy, por meio da técnica de refletância total atenuada (ATR).

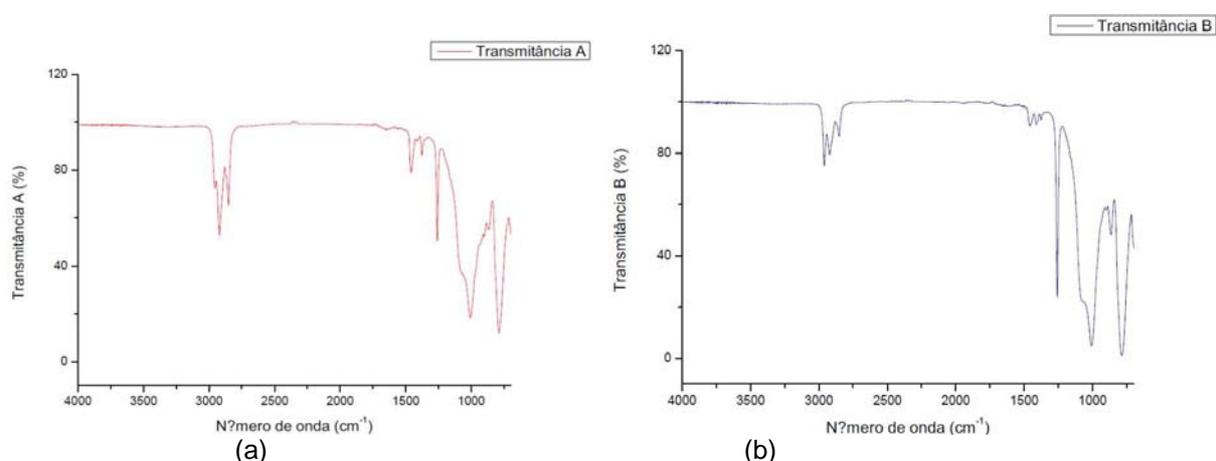


Figura 1. Espectrogramas na região do infravermelho, pela técnica de refletância total atenuada (ATR), do compósito de PDMS reticulado: (a) quimicamente (grupo A); (b) por irradiação gama a 400 kGy (grupo B).



A análise dos espectrogramas por FTIR do PDMS, nas duas condições de reticulação, mostra que o material, independentemente da condição estudada, apresenta tipicamente a ocorrência das mesmas bandas de absorção, mas com “picos” de diferentes intensidades. Verifica-se a ocorrência das seguintes bandas: 2955 cm^{-1} (CH em CH_3), 2921 cm^{-1} (CH_3), 2848 cm^{-1} (CH_3), 1456 cm^{-1} (CH_3 com deformação assimétrica), 1413 cm^{-1} (CH_2), 1379 cm^{-1} (CH_3), 1261 cm^{-1} (CH_3 com deformação simétrica), 1082 cm^{-1} (Si-O-Si), 1006 cm^{-1} (Si-O-Si) e 784 cm^{-1} (Si- $(\text{CH}_3)_2$) que são específicas da estrutura química do PDMS. Observa-se, ainda, um “pico” em 870 cm^{-1} que corresponde ao grupamento SiO_2 , relacionado ao quartzo, a partícula inorgânica de reforço presente no compósito de PDMS. A existência destas bandas de absorção confirmam a composição do compósito como sendo poli(dimetilsiloxano) reforçado por quartzo.⁽¹⁶⁻¹⁹⁾

Verifica-se, embora tenham sido identificadas as mesmas bandas nos dois grupos de avaliação, que o grupo reticulado por irradiação apresentou, em relação ao reticulado quimicamente, “picos” com valores superiores de intensidade. Tendo em vista estes resultados pode-se afirmar que o material reticulado por irradiação gama deve apresentar, em relação ao reticulado quimicamente, uma menor degradação, pois é sabido que a redução da intensidade dos “picos” está relacionada com uma maior degradação no material.

3.3 Ensaio de Molhabilidade

Na Tabela 2 estão mostrados os valores médios do ângulo de contato, bem como os respectivos desvios padrão, das amostras do compósito de PDMS, nas 2 condições de reticulação: química e por irradiação.

Tabela 2 – Valores médios do ângulo de contato do compósito de PDMS reticulado quimicamente (grupo A) e por irradiação gama na dose de 400 kGy (grupo B)

Grupo de avaliação	Ângulo de contato	
	Valor médio	Desvio padrão
A	98,56	2,65
B	80,89	8,92

A Figura 2 apresenta as fotografias do ângulo de contato entre a água destilada e o compósito de PDMS em cada grupo de avaliação, podendo-se observar a variação do aspecto do ângulo de contato com o tipo de reticulação.

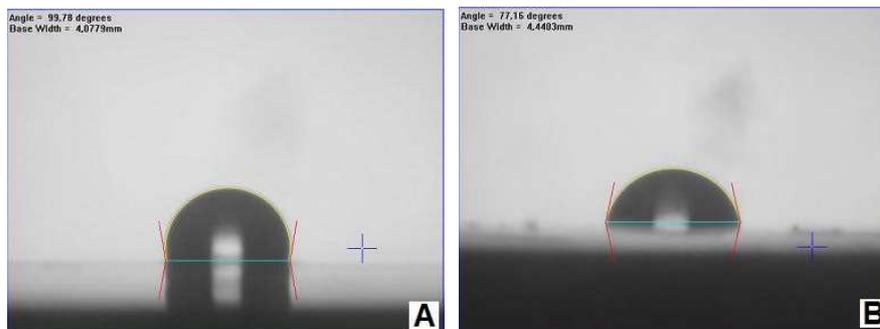


Figura 2 – Fotografias do ângulo de contato entre a gota de água destilada e o compósito de PDMS reticulado: (A) quimicamente; (B) por irradiação gama na dose de 400kGy.

Observa-se que o compósito de PDMS reticulado por irradiação gama apresenta, em relação ao material reticulado quimicamente, um menor ângulo de contato. Verifica-se, ainda, que o compósito de PDMS reticulado quimicamente apresenta um alto ângulo de contato, o que está de acordo com a literatura, classificando o compósito de PDMS nesta condição como um material hidrofóbico.^(3,5) Assim, pode-se afirmar que o compósito de PDMS reticulado por irradiação gama deve apresentar, em relação ao reticulado quimicamente, uma melhor adesão ao gesso usado na confecção do molde, pois a redução do ângulo de contato melhora a molhabilidade do material.⁽²⁰⁾ Desta maneira, pode-se afirmar que a reticulação por irradiação do PDMS poderá reduzir a desvantagem dos elastômeros em relação aos demais materiais de moldação.

3.4 Ensaio de Dureza Shore

Na Tabela 3 estão mostrados os valores médios da dureza Shore A, bem como os respectivos desvios padrão, para as amostras do compósito de PDMS nas duas condições de reticulação: química e irradiado na dose de 400 kGy.

Tabela 3 – Valores médios de dureza Shore A do compósito de PDMS reticulado quimicamente (grupo A) e por irradiação gama na dose de 400 kGy (grupo B)

Grupo de avaliação	Dureza Shore A	
	Valor médio	Desvio padrão
A	70,42	3,49
B	53,68	9,21

Verifica-se, tendo em vista os valores constantes da Tabela 3, que a dureza do compósito de PDMS reticulado quimicamente é maior e está de acordo com dados apresentados na literatura. O material reticulado por irradiação gama apresenta um menor valor de dureza, o que permite afirmar, considerando que a dureza e a distorção influenciam a força necessária para a remoção do molde da cavidade oral, que este material, por ser mais macio, deve ser mais adequado para o processo de moldação odontológica.^(3,17)

3.5 Ensaio de Tração

A Figura 3 mostra uma curva típica força x deformação obtida no ensaio de tração do PDMS reticulado quimicamente, onde se pode constatar que este material apresenta um comportamento elastomérico típico, confirmando a observação visual obtida na determinação do grau de reticulação.



Figura 3 - Curva típica força x deformação obtida no ensaio de tração do compósito de PDMS reticulado quimicamente.

A Tabela 4 apresenta os valores médios e as medianas das propriedades em tração, resistência, alongamento na ruptura e módulo de elasticidade, bem com os respectivos desvios padrões obtidos no ensaio do PDMS reticulado quimicamente. Observa-se que o compósito estudado apresenta, em relação a materiais elastoméricos tradicionais, puros ou sob a forma de compósitos, apresenta menores resistência mecânica, plasticidade e rigidez.⁽²¹⁻²⁴⁾

Tabela 4 - Valores de propriedades em tração do compósito de PDMS reticulado quimicamente

Valor	Resistência à tração (MPa)	Alongamento na ruptura (%)	Módulo de elasticidade (MPa)
Média	1,84	84	2,19
Mediana	1,92	84	2,24
Desvio padrão	0,19	4	0,15

3.6 Exame Superficial

A Figura 4 apresenta microfotografias típicas, por SEM, da superfície de amostras utilizadas no ensaio de molhabilidade do compósito de PDMS, nas duas condições de reticulação.

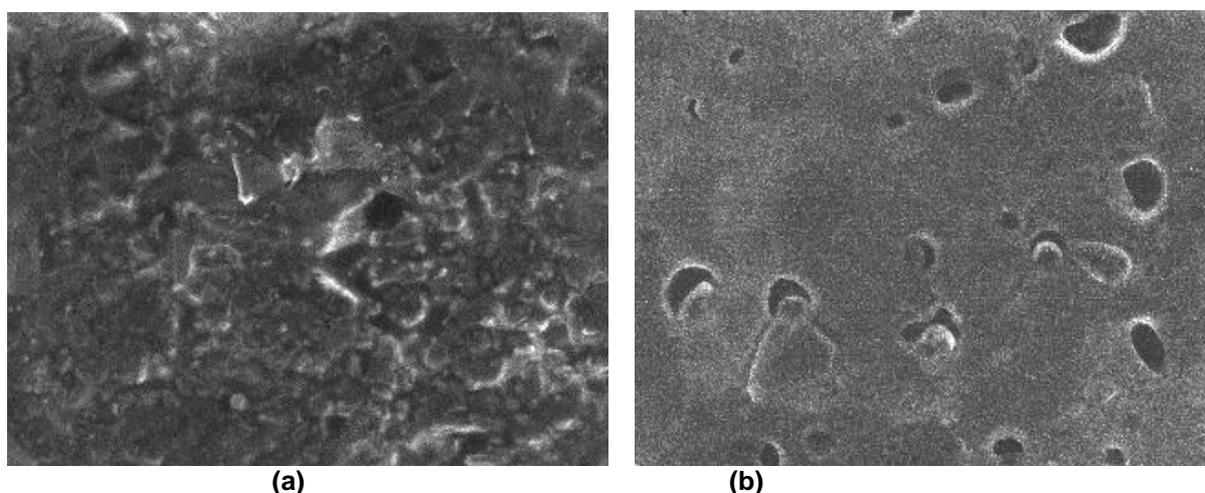


Figura 4 – Microfotografias, por SEM, da superfície de amostras do ensaio de molhabilidade do compósito de PDMS reticulado: (a) quimicamente; (b) por irradiação gama na dose de 400 kGy (aumento original de 200X)

O compósito de PDMS reticulado quimicamente (Grupo A) apresenta uma alta rugosidade superficial, enquanto que o material irradiado (Grupo B) mostra superfícies bem mais lisas mas com a presença de diversos defeitos resultantes da liberação de produtos gasosos do PDMS devido à irradiação gama. A quantidade de gases produzidos pelo polímero compete com a reticulação; quanto maior a dose de radiação, maior o número de ligações cruzadas, maior a quantidade de gases produzidos e maior o número de defeitos.

3.7 Exame Fratográfico

A Figura 5 apresenta microfotografias típicas das superfícies fratura de corpos de prova criofaturados do compósito de PDMS, nas duas condições de reticulação,

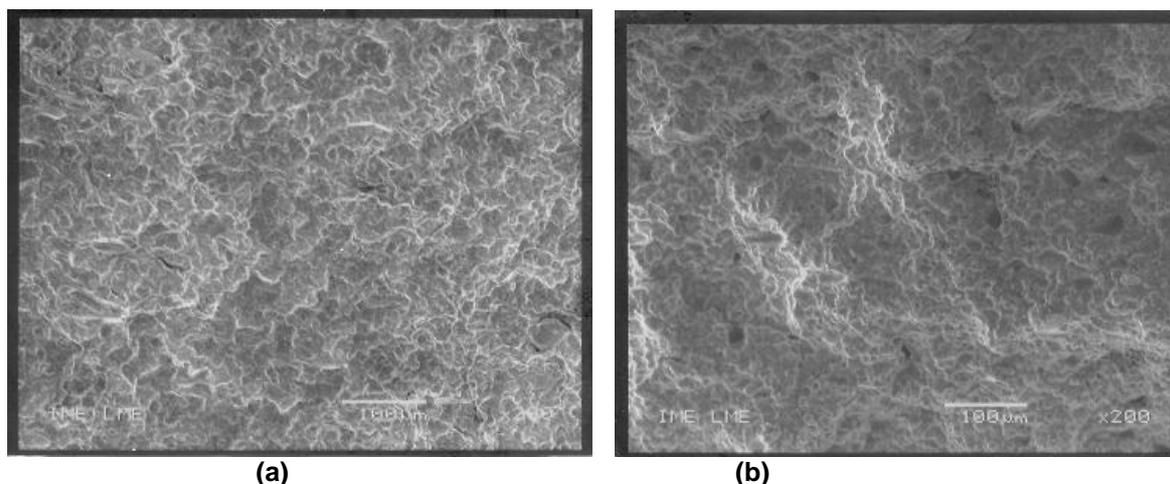


Figura 5 – Microfotografias, por SEM, das superfícies de fratura de amostras criofaturadas do compósito de PDMS reticulado nas seguintes condições: (a) quimicamente; (b) por irradiação gama na dose de 400 kGy.

A análise realizada permite verificar a existência de distintos aspectos topográficos que confirmam a ocorrência de modificações no comportamento mecânico do compósito de PDMS, em função do modo de reticulação empregado.

O exame da amostra reticulada quimicamente (grupo A) mostra uma superfície de fratura com menor rugosidade superficial com facetas planas e rasas (Figura 5a), caracterizando um mecanismo de fratura mais frágil. A observação da amostra reticulada por irradiação gama na dose de 400 kGy (grupo B) apresenta escamas largas e rasas com o formato aproximado de parábolas fechadas (Figura 5b), resultantes, provavelmente, da interseção da frente da trinca principal com microtrincas secundárias que se deslocam fora do plano principal de propagação, caracterizando um mecanismo mais dúctil de fratura. Desta maneira pode-se afirmar que o compósito reticulado quimicamente apresentou uma maior fragilidade, que o reticulado por irradiação. Este comportamento pode ser relacionado com os resultados do ensaio de dureza; quanto maior a dureza maior a fragilidade, ou seja, a dureza e a fragilidade seguem a mesma ordem de comportamento.

4 CONCLUSÕES

A análise dos resultados experimentais obtidos nesta pesquisa, fundamentada nas informações obtidas na pesquisa bibliográfica, permitem concluir o seguinte:

- o tipo de reticulação influencia grau de reticulação do compósito de PDMS

embora o material reticulado por irradiação gama na dose de 400kGy tenha apresentado, em relação ao reticulado quimicamente, um grau de reticulação da mesma ordem de grandeza;

- o processo de reticulação por irradiação gama deve produzir, em relação à reticulação química, um material de menor degradação, conforme indicado pela menor intensidade dos “picos” de FTIR;
- o compósito de PDMS reticulado quimicamente apresenta baixas propriedades mecânicas em tração, e mostra, em relação ao reticulado por irradiação gama, maior dureza e maior fragilidade; e
- a análise microscópica por MEV das superfícies do compósito de PDMS reticulado por irradiação gama apresenta, em comparação com o reticulado quimicamente, um melhor acabamento superficial, mas com uma maior quantidade de defeitos superficiais, menores e em maior quantidade com o aumento da dose de radiação.

Conclui-se, finalmente, que o processo de reticulação por irradiação gama na dose de 400 kGy parece ser adequado para a reticulação do compósito de PDMS, pois produz um material com características levemente superiores às do reticulado quimicamente. Todavia, a grande quantidade de defeitos superficiais observados no material reticulado por irradiação gama torna necessário que o presente estudo seja continuado, visando, principalmente, a redução dos gases produzidos e liberados no processo de irradiação.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, CAPES e CNPq pelo apoio financeiro e à Empresa Brasileira de Radiações - EMBRARAD pela irradiação das amostras.

REFERÊNCIAS

- 1 WANG, F. **Polydimethylsiloxane modification of segmented thermoplastic polyurethanes and polyureas**. PhD Thesis. University of Virginia, USA, 1998.
- 2 CANEVAROLO JR., S.V. **Ciência dos Polímeros**. 2^aEd. São Paulo: Editora Artliber, 2006.
- 3 CRAIG, R.G. **Materiales de Odontología Restauradora**. 10^aEd. Editora Elsevier, 1998.
- 4 NOORT, R.V. **Introduction to Dental Materials**. 2^aEd. UK: Ed. Elsevier Health Sciences, 2002..
- 5 PHILLIPS, R.W.; ANUSAVICE, K.J.; ALBUQUERQUE, D.C.; GRINBAUM, N.S.; LOGUERCIO, A.D.; REIS, A. **Phillips: Materiais Dentários**. 11^aEd. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005.
- 6 Norma ISO 4823:2000. Dentistry – Elastomeric impression materials. **International Organization for Standardization**. Geneva, Switzerland, 2000.
- 7 Especificação ADA n^o 19, **American Dentistry Association**, 2004.
- 8 Catálogo comercial, VIGODENT, 2007.
- 9 Catálogo comercial, COLTÈNE, 2009.
- 10 HILL, D.J.T.; O'DONNELL, J.H.; PERERA, M.C.S.; POMERY, P.J. An investigation of radiation-induced structural changes in nitrile rubber. **Journal of Polymer Science – Part A: Polymer Chemistry**, v. 34, p. 2439 – 2454, 1996.
- 11 CHAUDHRY, A.N.; BILLINGHAM, N.C. Characterization and oxidative degradation of a room-temperature vulcanised poly(dimethylsiloxane) rubber, **Polymer Degradation and Stability**, v. 73, p. 505-510, 2001.

- 12 PALSULE, A.S.; CLARSON, S.J.; WIDENHOUSE, C.W. Gamma irradiation of silicones. **Journal of Inorganic Organometallic Polymer**, v. 18, p. 207 – 221, 2008.
- 13 Norma ASTM D2240. Rubber property – Durometer hardness, Standard Test Methods for. **American Society for Testing and Materials**, Philadelphia, PA, 1991.
- 14 Norma ASTM D412. Vulcanized rubber and thermoplastic elastomers - Tension, Standard Test Methods for. **American Society for Testing and Materials**, Philadelphia, PA, 1998a.
- 15 MAXWELL, R.S.; CHINN, S.C.; ALVISO, C.T.; HARVEY, C.A.; GIULIANI, J.R.; WILSON, T.S.; COHENOUR, R. Quantification of radiation induced crosslinking in a commercial, toughened silicone rubber, TR55 by ¹H MQ-NMR. **Polymer Degradation and Stability**, v. 94, p. 456 – 464, 2009.
- 16 SILVERSTEIN, R.M.; BASSLER, G.C.; MORRILL, T.C. **Spectrometric identification of organic compounds**. 4^a. Ed. Nova York: Ed. John Wiley & Sons, 1981.
- 17 DELOR-JESTIN, F.; TOMER, N. S.; SINGH, R. P.; LACOSTE, J. Characterization of polydimethylsiloxane rubber upon photochemical, thermal, salt-fog ageings and exposure to acid vapours. **e-Polymers**, n. 13, 2006.
- 18 ZHOU, W.; YANG, H.; GUO, X.; LU, J. Thermal degradation behaviors of some branched and linear polysiloxanes. **Polymer Degradation and Stability**, v. 91, p. 1471 – 1475, 2006.
- 19 LABOURIAU, A.; COX, J.D.; SCHOONOVER, J.R.; PATTERSON, B.M.; HAVRILLA, G.J.; STEPHENS, T.; TAYLOR, D. Mössbauer, NMR and ATR-FTIR spectroscopic investigation of degradation in RTV siloxane foams. **Polymer Degradation and Stability**, v. 92, p. 414 – 424, 2007.
- 20 HUSSAIN, S.; BAIG, M.F.; VEERAIVAN, N.M. **Textbook of Dental Materials**. New Delhi: Ed. Jaypee Publishers, 2004.
- 21 OSMAN, M.A.; ATALLAH, A.; MÜLLER, M.; SUTER, U.W. Reinforcement of poly(dimethylsiloxane) networks by mica flakes. **Polymer**, v. 42, p. 6545 – 6556, 2001.
- 22 JANA, R.N.; NANDO, G.B. Compatibilized blends of low density polyethylene and poly dimethylsiloxane rubber: part I: acid and alkali resistance properties. **Journal of Elastomers and Plastics**, v. 34, p. 349 – 363, 2002
- 23 DEWIMILLE, L.; BRESSON, B.; BOKOBZA, L. Synthesis, structure and morphology of poly(dimethylsiloxane) networks filled with in situ generated silica particles. **Polymer**, v. 46, p. 4135 – 4143, 2005.
- 24 ZHAO, Y.; ZHANG, X. Mechanical properties evolution of polydimethylsiloxane during crosslinking process. **Materials Research Society Symposium. Proceedings**, v. 975, 2007.