DINO JEISET KON

**ESTUDO DA EVOLUÇÃO DA REAÇÃO DE PRESA DO
CIMENTO DE FOSFATO DE ZINCO ATRAVÉS DA LUZ LASER,
APLICANDO A TÉCNICA ÓPTICA DE SPECKLE DINÂMICO**

São Paulo
2006

Dino Jeiset Kon

**Estudo da evolução da reação de presa do cimento de
fosfato de zinco através da luz laser, aplicando a
técnica óptica de speckle dinâmico**

Dissertação apresentada à Faculdade de
Odontologia da Universidade de São Paulo,
para obter o título de Mestre, pelo Programa de
Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Prótese Dentária

Orientador: Prof. Dr. Matsuyoshi Mori

São Paulo
2006

FOLHA DE APROVAÇÃO

Kon DJ. Estudo da evolução da reação de presa do cimento de fosfato de zinco através da luz laser, aplicando a técnica óptica de speckle dinâmico [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2006.

São Paulo, / /2006

Banca Examinadora

1)Prof(a). Dr(a)._____

Titulação:_____

Julgamento:_____ Assinatura: _____

2)Prof(a). Dr(a)._____

Titulação:_____

Julgamento:_____ Assinatura: _____

3)Prof(a). Dr(a)._____

Titulação:_____

Julgamento:_____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

Aos meus pais Cheung Man e Shui Fong, que com amor, carinho e dedicação foram responsáveis pelo meu caráter e toda a minha formação.

Ao meu irmão Lineu, meu grande e melhor amigo, por toda a ajuda e compreensão.

À minha amada, amiga e companheira Eliara, pela inestimável compreensão e incentivo por todos esses anos.

Ao Prof. Dr. Matsuyoshi Mori, meu orientador, desde os tempos da graduação, monitoria e iniciação científica, até atualmente na pós-graduação, o meu muito obrigado, pela oportunidade que me foi dada, por estar sempre disposto a compartilhar de seus conhecimentos e por me incentivar com muita sabedoria, contribuindo assim, para minha formação acadêmica e profissional.

AGRADECIMENTOS

À Deus, presente em todas as minhas conquistas, sempre guiando meus passos, permitindo assim, alcançar mais uma etapa de minha vida.

Ao Prof. Dr. Carlos de Paula Eduardo, Diretor da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Ao Prof. Dr. Carlos Gil, chefe do Departamento de Prótese Dentária.

À coordenadora do curso de pós-graduação da FOU SP, área de Prótese Dentária, Profa. Dra. Maria Cecília Milluzi Yamada.

À Profa. Dra. Tomie Nakakuki de Campos, Livre Docente do Departamento de Prótese Dentária, por toda sabedoria e ensinamentos, pelo grande incentivo dado a minha carreira acadêmica e por toda confiança depositada em minha pessoa.

Ao Prof. Dr. Mikiya Muramatsu, do Laboratório de Óptica do Instituto de Física da Universidade de São Paulo, pela participação fundamental na execução deste trabalho e paciência em transmitir todo o conhecimento, além da disponibilidade em todos os momentos em que foi solicitado.

Aos professores da Disciplina de Prótese Fixa do Depto. de Prótese Dentária da FOU SP, Profs. Drs. Tetsuo Saito, Ivo Contin, Fernando da Cunha Ribeiro, Claudio Sendyk, Pedro Tortamano Netto, José Antonio Lupi da Veiga e Hideki Yoshida, pelos ensinamentos e convívio profissional durante todos estes anos.

Ao Mestre Felix Silva, Mestre Luiz Borbely, do Laboratório de Óptica do Instituto de Física da Universidade de São Paulo, pelo precioso auxílio na execução deste trabalho.

Ao Mestre Tadashi Carlos Orii, pela amizade, inestimável apoio, pelos sábios conselhos e por me inspirar profissionalmente.

Ao Especialista Márcio Shimizu, grande amigo, por sua paciência e companheirismo de todas as horas.

Aos colegas de Pós-Graduação em Prótese e da Disciplina de Prótese Parcial Fixa, pelo companheirismo e amizade.

Aos funcionários do Departamento de Prótese da Faculdade de Odontologia da USP, em especial, a Ana Cláudia Gomes, Coraci A. Moraes, Marlene Soares (Lena), Regina C. Tognasoli, Sandra G. Silva, Valdinea Santos, pelo apoio e ajuda durante todos esses anos.

À Bibliotecária Aguida Feliziani, pela orientação dada a revisão bibliográfica.

Aos funcionários da Biblioteca da FOU SP, em especial as Sras. Luzia, Cidinha, Solange e Glauci.

Às funcionárias do Serviço de Pós-Graduação da FOU SP, Cátia, Nair e Alessandra.

À Daniel Teixeira, técnico em prótese dentária, por todo o profissionalismo e boa vontade.

À todos os familiares e amigos que torcem por minha felicidade.

À todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para que este trabalho tornasse realidade.

Kon DJ. Estudo da evolução da reação de presa do cimento de fosfato de zinco através da luz laser, aplicando a técnica óptica de speckle dinâmico [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2006.

RESUMO

A cimentação de próteses e/ou de outros elementos protéticos constituem-se em uma preocupação permanente, já que uma das grandes aplicações do cimento de fosfato de zinco é como agente cimentante. No entanto, a reação de presa do cimento de fosfato de zinco, assim como o tempo de sua presa final, não estão ainda completamente esclarecidos. O presente estudo visa analisar, microestruturalmente, a evolução da reação de presa do cimento de fosfato de zinco. Mais especificamente, buscou-se mensurar, baseado no fenômeno conhecido como speckle dinâmico, o tempo de duração da reação de presa do cimento de fosfato de zinco, desde o momento do término da espatulação até a sua presa completa, em ambiente com temperatura e umidade relativa do ar controlada. A metodologia utilizada consiste na análise do speckle dinâmico obtido através da luz laser, em um ensaio não-destrutivo. A partir dos dados coletados pela técnica óptica de speckle, usando algoritmos computacionais, foi possível estabelecer os coeficientes de correlação temporal e momentos de intensidade. O tratamento estatístico permitiu relacionar e comparar com outros parâmetros tradicionais, químicos e mecânicos macroestruturais já existentes e estudados por outros autores. Pode-se concluir que os resultados alcançados pela nova técnica e pelos métodos convencionais são convergentes.

Palavras-Chave: Laser Speckle; Cimento de fosfato de zinco, análise; Cimentos dentários, análise; Prótese dentária, métodos; Laser, utilização

Kon DJ. Study of evolution of zinc phosphate cement's setting reaction by laser, applying an optics technique of dynamic speckle [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2006.

ABSTRACT

The prosthesis cementation and/or other prosthetic elements, consists in permanent concern, since one of the major applications of zinc phosphate cement is as luting agent. This study aims at the microstructural analyze to the evolution of the zinc phosphate cement's setting reaction. More specifically, searched to verify, based on the known phenomenon as dynamic speckle, how long takes the setting reaction of zinc phosphate cement, since the moment of the ending of the mix until your complete setting, in environment with air relative humidity and temperature controlled. The used methodology consist in the analysis of dynamic speckle gotten through the laser, in a non-destructive assay. From the data supplied by the laser speckle, it was possible to establish the temporal correlation coefficients and intensity moments. The statistical treatment, allowed to compare and relate with other traditional, chemical and mechanical macrostructural parameters, already existing and studied by other authors. It can be conclude that outcomes achieved by the new technique and with the conventional methods are convergent.

Keywords: Laser speckle; Zinc phosphate cement, analysis; Dental Cements, analysis; Dental prosthesis, methods; Laser, utilization

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 4.1 - Pilar em aço inoxidável torneado e coroa de resina	41
Figura 4.2 - Aparelho controlador de temperatura	45
Figura 4.3 - Equipamento de laser He-Ne	46
Figura 4.4 - Montagem experimental, vista lateral (a) e vista superior (b); e os componentes utilizados, laser He-Ne (c), polarizador (d) e espelhos planos (e) e (f).....	47
Figura 4.5 - Mesa óptica (a) e sistema de amortecimento a gás nitrogênio (b)	48
Figura 4.6 - Esquema da formação da imagem de um padrão de speckle (a); não está representada a radiação incidente e apenas alguns raios estão representados interferindo em um único ponto sobre o plano de observação; em (b) imagem obtida com uma câmera CCD do padrão de speckle de uma superfície metálica	49
Figura 4.7 - Speckle estático na sequência 1 e speckle dinâmico, sequência 2....	51
Figura 4.8 - Imagens THSP, alta (a), baixa (b) atividade e praticamente estável em (c)	53
Figura 4.9 - Matrizes de co-ocorrência modificados, alta(a) e baixa(b) atividade ..	55
Figura 4.10 - Acondicionando pó (a) e líquido (b) em microtubos, em (c) rack com microtubos de pó e líquido do cimento de fosfato de zinco precisamente proporcionados.....	59
Figura 4.11 - Equipamentos de processamento de imagens(a) e câmera CCD(b) .	62
Figuras 5.1 a 5.10 - Seqüência de imagens THSP, com respectivos tempos	65

Gráficos 5.1 a 5.10 - Gráficos de Correlação x tempo (s).....	76
Gráfico 5.12 - Gráficos dos Momentos de Intensidade x tempo (min), dos grupos 1 e 2.....	87
Figuras 5.11 a 5.20 - Seqüência de imagens MCOM, com respectivos tempos.....	88
Gráfico 6.1 - Gráficos dos Momentos de Intensidade x tempo, grupo referência ..	101

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Composição básica do cimento de fosfato de zinco (Fonte: em Craig e Powers, 2004)	24
Tabela 2.2 – Resistência à compressão em kg/cm ² em relação ao tempo.....	27
Tabela 2.3 – Valores de pH em função do tempo de acordo com Phillips (1991) ...	28
Tabela 2.4 – Valores de pH em função do tempo de acordo com Duymus (2004)..	29
Tabela 5.1 – Momentos de intensidade (MI), das amostras do grupo 1, como os respectivos tempos	86
Tabela 5.2 – Momentos de Intensidade (MI), das amostras do grupo 2, como os respectivos tempos	86
Tabela 6.1 – Desvio padrão dos coeficientes de correlação, dos grupos 1, 2 e referência.....	100
Tabela 6.2 – Desvio padrão dos momentos de intensidade (MI), dos grupos 1, 2 e referência, para o intervalo de 10 a 40 minutos	102
Tabela 6.3 – Momentos de intensidade (MI), do grupo referência, como os respectivos tempos	103

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

H_3PO_4	Ácido Fosfórico
H_2O	Água
ADA	American Dental Association
cm	Centímetros
CCD	Charge Coupled Device
SiO_2	Dióxido de Silício
ZnHPO_4	Fosfato de Zinco
g	Gramas
He-Ne	Hélio-Nêonio
h	Horas
ia	Ingrediente Ativo

IFUSP Instituto de Física da Universidade de São Paulo

L Litros

MCO Matriz de Co-Ocorrências

MCOM Matriz de Co-Ocorrências Modificada

MPa Mega Pascal

μm Micrometros

mA Miliamperes

mL Mililitros

mm Milímetros

min Minutos

MI Momentos de Intensidades

Nm Nanômetros

BaO Óxido de Bário

CaO	Óxido de Cálcio
MgO	Óxido de Magnésio
ZnO	Óxido de Zinco
kg	Quilogramas
kg/cm ²	Quilogramas por centímetros quadrados
s	Segundos
Ba ₂ SO ₄	Sulfato de Bário
THSP	Time History - Speckle Pattern
BiO ₃	Trióxido de Bismuto
USP	Universidade de São Paulo
v:v	Volume por volume

LISTA DE SÍMBOLOS

Al Alumínio

° Graus

° C Graus Celsius

N Nitrogênio

“ Polegadas

% Porcentagem

pH Potencial Hidrogeniônico

Zn Zinco

SUMÁRIO

	p.
1 INTRODUÇÃO	18
2 REVISÃO DA LITERATURA	22
2.1 Cimento de fosfato de zinco	23
2.2 Fenda marginal e assentamento	30
2.3 Expulsividade.....	32
3 PROPOSIÇÃO	33
4 MATERIAL E MÉTODOS	34
4.1 Material	34
4.2 Métodos	36
5 RESULTADOS	64
6 DISCUSSÃO	98
7 CONCLUSÕES.....	107
REFERÊNCIAS.....	109

1 INTRODUÇÃO

Um dos principais entraves para o sucesso de um trabalho restaurador indireto é a fase de cimentação, que envolve, desde a sua manipulação, até a correta eleição do agente cimentante. Além disso, a adaptação das peças protéticas sobre os seus dentes pilares é dificultada, devido ao elevado número de fases clínicas e laboratoriais, todas estas susceptíveis à falhas, que são intrínsecas ao processo de confecção das próteses parciais fixas (ENGELMAN; BLECHNER, 1978). Devido ao processo de cimentação ser a última etapa do trabalho restaurador, ela acaba tornando-se um procedimento de vital importância para o sucesso e longevidade da prótese.

De acordo com Campos et al. (1999), Oilo e Jorgensen (1978) e Rosenstiel, Fugimoto e Land (2001), o cimento deve atuar preenchendo a interface entre a restauração e o dente, retendo a restauração através das irregularidades entre essas superfícies.

Desenvolvido em 1858, por Silvestre Augustin e Charles Sylvester Rostaing (HEIDEL; WITSCHAS, 1988), o cimento de fosfato de zinco é o mais antigo dos cimentos atualmente utilizados na Odontologia e continua sendo um material amplamente empregado. As excelentes propriedades mecânicas como a sua alta resistência à compressão, e físicas, como viscosidade, uma relativamente baixa solubilidade e seu fácil manuseio (BAN; HASEGAWA; LACY, 1986), e a confiabilidade clínica apresentada por este material explicam a sua aplicação e sua existência secular. Também, devido a extensa documentação científica sobre suas propriedades físicas e mecânicas (ATTAR; TAM; MCCOMB, 2003; CRISP;

JENNINGS; WILSON, 1978; PHILLIPS et al., 1987). Além de estudos longitudinais que acompanharam o seu desempenho clínico por muitos anos, como o de Margerit et al. (1996), mostrando estabilidade ao longo dos anos, ao analisar a estrutura química do cimento de fosfato de zinco de 27 próteses fixas com 2 a 43 anos de tempo de uso.

Devido ao cimento de fosfato de zinco ser um material consagrado e confiável, ele é utilizado em pesquisas científicas, como parâmetro de comparação com outros tipos de cimentos, por exemplo os cimentos resinosos, que são considerados de última geração (BLACK ; CHARLTON, 1989; TJAN ; LI, 1992).

Na literatura, pode-se observar que os autores utilizaram métodos tradicionais mecânicos (resistência à compressão) e químicos (pH) e avaliaram aspectos macroestruturais parciais ou indiretos do material, com o intuito de compreender a reação de presa em sua totalidade. Isso deve-se, principalmente, ao fato de a natureza da reação de presa do cimento de fosfato de zinco ainda não ser completamente conhecida (PHILLIPS, 1991).

Por todas estas razões, nesta pesquisa, o cimento de fosfato de zinco foi selecionado como agente cimentante para desenvolver essa nova metodologia.

O cimento de fosfato de zinco apresenta muitos méritos, como a primeira escolha de agente cimentante para casos com retenção mecânica adequada, e em pacientes em que a liberação de flúor não é necessária (TAKAHASHI, 2002). Embora não apresente propriedade adesiva, sua história clínica de sucesso e confiabilidade encontra-se muito bem documentada. Além disso, apresenta como vantagem a possibilidade de remoção da peça protética quando necessário (MITCHELL, 2000).

Os trabalhos e artigos da literatura, pesquisaram de forma indireta a evolução da reação de presa do cimento de fosfato de zinco, por meio da análise de características, tais como: variação do pH, variação de resistência à compressão e variação da contração linear (ATTAR; TAM; MCCOMB, 2003; BRYANT; WING, 1976; CIVJAN; BRAUER, 1964; CHARLTON; MOORE; SWARTZ, 1991; CRAIG; POWERS, 2004; DUYMUS, 2004; OILO, 1975; PAFFENBARGER; SWEENEY; ISAACS, 1933; PEARSON; ATKINSON, 1987; PHILLIPS, 1991; SMITH, 1971; SMITH; DORIN RUSE, 1986). Não há na literatura pesquisas que demonstrem de modo rigoroso a evolução da reação em função do tempo.

Por isso, a preocupação em relação ao seu uso, e a importância no que refere-se ao tempo de presa, que está diretamente vinculado a prática clínica.

O presente estudo traz uma metodologia totalmente diversa, daquelas já citadas e analisadas por outros autores na literatura, a técnica óptica de speckle. Atualmente são inúmeras as aplicações da técnica óptica (holográficas, interferométricas e de speckle) para obtenção de medidas precisas, envolvendo fenômenos da mais variada natureza, aplicando-se com sucesso na mensuração e caracterização de fenômenos físicos. O emprego de métodos ópticos, podem muitas vezes, substituir com vantagem a utilização de equipamentos tradicionais, como aparelhos mecânicos ou eletro-mecânicos. Uma característica bastante importante, comum a esses métodos, é o de serem limpos e não-destrutivos. A técnica óptica de speckle, em particular, já apresenta uma grande gama de aplicações no campo da medicina, odontologia e engenharia, dentre elas: medida de parâmetros de rugosidade superficial (ALVES, 2004; BORBELY, 2005; GROENHUIS; JONGEBLOED; BOSH, 1980; LÉGER; MATHIEU; PERRIN, 1975); na alteração dimensional de resinas compostas (SATO; MIYAZAKI; RIKUTA, 2004); medida de

atividade biológica superficial (RABELO, 2000); avaliação de fluxo sanguíneo (FUJII, 1987); avaliação do processo de secagem de pinturas (ARIZAGA, 1998; SILVA, 2000); estudo de corrosão de superfícies metálicas (MURAMATSU; GUEDES; GAGGLIOLI, 1994).

O monitoramento da evolução da reação de presa do cimento, ao longo do tempo através da luz laser não-destrutiva, aplicando a técnica óptica de speckle, trará subsídios para a correta manipulação do material e orientará os procedimentos clínicos para a otimização das propriedades do cimento de fosfato de zinco.

2 REVISÃO DA LITERATURA

A cimentação de um elemento protético está intimamente relacionada com a sua longevidade e conseqüentemente, o seu sucesso clínico. De acordo com Campos et al. (1999), Diaz-Arnold, Vargas e Haselton (1999), Schillinburg et al. (1998), Tjan e Sarkissian (1986), o cimento odontológico tem a função de atuar como barreira contra a infiltração bacteriana, selando a interface entre o dente e a restauração, através de uma interação superficial mecânica e/ou química. Contudo, não deve-se deixar de lado a importância das formas de retenção e resistência na execução de um preparo dental.

O cimento odontológico escolhido foi o cimento de fosfato de zinco, devido a sua ampla utilização em pesquisas sobre retenção, assentamento, adaptação marginal, como nos estudos de Alencar (1998), Ayad e Rosenstiel (1996), Ayad, Rosenstiel e Salama (1997), Bottino (1998), Darveniza et al. (1987), Dodge et al. (1985), Eames et al. (1978), Felton, Kanoy e White (1987), Fiori (1994), Fusayama, Ide e Hosoda (1964), Hirata e Muench (1982), Ishikiriyama et al. (1981), Jorgensen e Esbensen (1968), Jorgensen (1955), Jorgensen (1960), Kaufman, Coelho e Colin (1961), O'Connor, Nayyar e Kovarik (1990), Oilo e Jorgensen (1978), Paffenbarger, Sweeney e Isaacs (1934), Pascoe (1983), Piemjai (2001), Sagara (2001), Smith (1970), Tjan e Sarkissian (1986), Tjan, Sarkissian e Miller (1981), Wang, Millstein e Nathanson (1992), Yamamoto, Shibayama e Saito (1988), além de propriedades físico-mecânicas e químicas pesquisados por Attar, Tam e McComb (2003), Bryant e Wing (1976), Civjan e Brauer (1964), Charlton, Moore e Swartz (1991), Craig e Powers (2004), Duymus (2004), Oilo (1975), Paffenbarger, Sweeney e Isaacs

(1933), Pearson e Atkinson (1987), Phillips (1991), Smith (1971), Smith e Dorin Ruse (1986).

2.1 Cimento de Fosfato de Zinco

O cimento de fosfato de zinco foi introduzido para substituir o cimento de oxiclорidro de zinco, que era altamente irritante à polpa e altamente solúvel no meio oral. Com a adoção da especificação nº 8 da American Dental Association - ADA (1967), para o cimento de fosfato de zinco, uma formulação refinada e a padronização do cimento levou à difusão de seu uso como material de cimentação (DENNISON; POWERS, 1974).

A composição típica do cimento de fosfato de zinco em relação ao pó, é de 90,2% de ZnO e 8,2% de MgO, sendo que os 1,6% restantes são de componentes que facilitam a sua fabricação, enquanto o líquido contém 54,4% do peso de ácido fosfórico, e 36% de água, o 9,6% restantes é composto por Al e Zn (CRAIG; POWERS, 2004; PAFFENBARGER; SWEENEY; ISAACS, 1933).

Tabela 2.1 - Composição básica do cimento de fosfato de zinco (CRAIG; POWERS, 2004)

Composição	Peso (%)
Pó	
Zn	90,2
MgO	8,2
SiO ₃	1,4
Bi ₂ O ₃	0,1
BaO, Ba ₂ SO ₄ , CaO	0,1
Líquido	38,2
H ₃ PO ₄ (ácido livre)	16,2
H ₃ PO ₄ (combinado com Al e Zn)	2,5
Al	7,1
Zn	36,0
H ₂ O	

A presa do cimento de fosfato de zinco é essencialmente uma matriz amorfa, hidratada de fosfato de zinco, que circunda partículas de óxido de zinco dissolvidas de forma incompleta. Esta fase amorfa é extremamente porosa (SERVAIS; CARTZ, 1971). Não há evidências de que o óxido de magnésio presente no pó consiga reagir com o ácido fosfórico (DENNISON; POWERS, 1974).

Segundo Vieira e Araújo (1965) o óxido de zinco reage com o ácido fosfórico de acordo com a equação química:

Os autores ainda afirmam que o cimento de fosfato de zinco cristaliza à partir de uma solução de agregados esféricos de cristais, unidos firmemente por partículas do pó (ZnO).

Em estudos pH, Harvey, Le Brocq e Rakowski (1944) avaliaram a acidez de alguns cimentos dentários e afirmaram que, a reação de presa do cimento de fosfato de zinco não perdura devido ao esgotamento de água, que consequentemente,

impossibilita a formação do $\text{ZnHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. A continuidade dessa reação está diretamente relacionada com a presença de água.

A restrição do crescimento de um cristal pelos cristais vizinhos e a camada de tensão superficial a que estão submetidos, são dois fatores que interferem simultaneamente na contração de presa do cimento de fosfato de zinco (VIEIRA; ARAÚJO, 1965).

A presença de umidade excessiva pode comprometer as propriedades retentivas do cimento (DENNISON; POWERS, 1974). O ganho ou perda de água, por contaminação ou evaporação, altera a reatividade do líquido e o tempo de presa da mistura (CRAIG; WARD, 1997; DENNISON; POWERS, 1974; EAMES et al., 1977).

Na presença de água, ocorre a formação de cristais em maior número e dimensão, e por isso a contração de presa do cimento de fosfato de zinco é menor comparada a uma em superfície exposta ao ar (VIEIRA; ARAÚJO, 1965).

De acordo com Oilo (1975), que estudou o cimento de fosfato de zinco em condições variáveis de temperatura, umidade relativa do ar e proporção pó/líquido, concluiu-se que nas amostras submetidas à condição de umidade de 50%, houve uma contração maior e mais rápida em comparação àquelas submetidas à umidade de 100%, num período de 30 minutos. Quando um período maior foi analisado (10 dias), as amostras submetidas à umidade de 50% contraíram cerca de 4%, sendo que apresentaram estabilidade somente após uma semana, enquanto as amostras submetidas à umidade de 100% contraíram cerca de 0,6 a 0,7%, alcançando a estabilidade em pouco mais de 24 horas. A contração de presa é dependente da proporção pó/líquido e, na ausência de umidade é mais pronunciada.

A reação de presa do cimento de fosfato de zinco é uma reação exotérmica e o calor gerado durante a reação aumenta a taxa de reação. Uma reação acelerada, não permite a incorporação de pó suficiente, para a obtenção das propriedades físicas ótimas (DENNISON; POWERS, 1974).

A proporção do cimento e incorporação do pó ao líquido deve ser precisa, a fim de obter as propriedades físicas ótimas para o uso clínico. A resistência à compressão depende da proporção pó/líquido. De acordo com Phillips (1991), a proporção ideal é de 1,4g / 0,5mL.

Em estudos realizados sobre resistência à compressão ao longo do tempo, Paffenbarger, Sweeney e Isaacs (1933), concluíram que o cimento de fosfato de zinco alcança dois terços da sua resistência máxima em 1 hora, e atinge praticamente a sua resistência máxima após 24 horas. Civjan e Brauer (1964) e Smith (1971) observaram que a resistência à compressão do cimento de fosfato de zinco, decorridas 24 horas do momento da espatulação, foi em média 990 kg/cm².

Bryant e Wing (1976) estudaram a resistência de materiais utilizados como base para restaurações de amálgama. Neste experimento observaram que o cimento de fosfato de zinco apresentou o comportamento listado na tabela à seguir:

Tabela 2.2 - Resistência à compressão em kg/cm² em relação ao tempo

Resistência à compressão kg/cm ² (dp)	Intervalo de tempo
855 (92)	20 min
910 (82)	60 min
960 (120)	24 horas
1070 (155)	1 semana

A especificação nº 8 da ADA (1967) para o cimento de fosfato de zinco, estabelece uma resistência à compressão mínima de 700 kg/cm^2 , 24 horas após o início da espatulação e um tempo de reação de presa ideal de 5 a 9 minutos. Este tempo de reação de presa foi medido com o auxílio da agulha de Gillmore pesando cerca de uma libra (453,6g) em um ambiente com umidade relativa de 100% à 37°C . Também de acordo com Phillips (1991), este cimento apresenta um tempo de presa médio de 5 a 9 minutos.

De acordo com a especificação nº 96 ANSI/ADA (ADA, 1998), para cimentos odontológicos com base aquosa, o agente cimentante deve apresentar, tempo de presa entre 2,5 a 8 minutos a uma temperatura de 37°C e uma resistência à compressão, após 24 horas de no mínimo 70 MPa.

Pearson e Atkinson (1987), estudaram sobre os efeitos da variação de temperatura no tempo de trabalho, e na reação de presa de cimentos aquosos para uso odontológico. As mensurações obtidas mostraram que, no cimento de fosfato de zinco, misturando-se o pó e líquido à temperatura ambiente de 23°C e variando para a temperatura de 34°C , o tempo de trabalho foi de 7,83 minutos, e de 11,82 minutos para tempo de presa.

Visando estudar o tempo total da reação de presa, foram realizados vários trabalhos medindo o pH do cimento de fosfato de zinco durante a reação de presa. Nestes estudos foi possível realizar mensurações com intervalos de tempo menores e, principalmente, logo após a espatulação do material.

Os resultados apresentados por Phillips (1991), no estudo do comportamento do pH do cimento de fosfato de zinco durante a reação de presa, encontram-se a seguir:

Tabela 2.3 – Valores de pH em função do tempo, de acordo com Phillips (1991)

Tempo	pH
2 min	2,14
5 min	2,55
10 min	3,14
15 min	3,30
20 min	3,62
30 min	3,71
60 min	4,34
24 h	5,50

Attar, Tam e McComb (2003), realizaram um estudo dos cimentos odontológicos em relação as propriedades físicas e mecânicas, e o pH também foi pesquisado. No cimento de fosfato de zinco, o pH registrado foi de 2,2 nos primeiros minutos, mas após 24 horas, era de 6,8.

Charlton, Moore e Swartz (1991), fizeram um estudo para determinar o pH da superfície de diversos cimentos durante suas reações de presa. O cimento de fosfato de zinco em mistura recomendada pelo fabricante apresentou pH 4,89 após 24 horas.

Duymus (2004), pesquisou a variação do pH de vários cimentos. O cimento de fosfato de zinco apresentou os seguintes pHs ao longo do tempo, como mostra a tabela abaixo.

Tabela 2.4 – Valores de pH em função do tempo, de acordo com Duymus (2004)

Tempo	pH
3 min	4,05
10 min	4,18
15 min	4,28
30 min	4,46
60 min	4,59
120 min	4,98
24 h	6,92

Outros autores, segundo Duymus (2004), em sua revisão de literatura, demonstraram que os valores de pH do cimento de fosfato de zinco ficam próximos de valores neutros de pH após 24 horas, ou seja, com valores entre 6,0 e 6,5.

Smith e Dorin Ruse (1986), reportaram que os valores pH durante a presa do cimento de fosfato de zinco variaram entre 4 e 14 minutos, e afirmam que o valor do pH do cimento era 4,0 após a primeira hora e entre 6,0 e 7,0 depois de 24 horas.

O cimento de fosfato de zinco apresenta como principais vantagens: ser de fácil manipulação, possibilitar um longo período de armazenamento, técnica relativamente insensível em relação a outros materiais, retenção mecânica confiável para casos clínicos convencionais, fácil remoção da prótese quando necessário, fácil limpeza dos excessos do cimento e baixo custo (BAN; HASEGAWA; LACY, 1986; MITCHELL, 2000).

Porém, apresenta como desvantagens: não ter propriedades adesivas ao dente e ao retentor intra-radicular metálico, ser friável, ser solúvel com o tempo, ser vulnerável a microinfiltrações e não liberar flúor (MITCHELL, 2000).

Embora, este cimento não apresente adesão química a nenhum substrato, existe um grande imbricamento mecânico, que proporciona a retenção da restauração (CRAIG; POWERS, 2004; DIAZ-ARNOLD; VARGAS; HASELTON, 1999; PHILLIPS, 1991), devido a isso, as características geométricas do preparo dental são críticas para se garantir uma retenção e estabilidade adequadas, e consequentemente o sucesso clínico do trabalho restaurador protético.

2.2 Fenda marginal e assentamento

Council on Dental Materials and Devices apresentaram a terceira revisão da especificação nº 8 da ADA (1978) sobre o cimento de fosfato de zinco. Destacaram que este material apresenta-se em duas formulações, o tipo I, com partículas finas, é indicado para cimentações e o tipo II com partículas médias, é indicado para forramentos e restaurações provisórias. Eles preconizam que este cimento deve formar uma película máxima de 25µm quando for do tipo I e de até 40µm, quando for do tipo II.

A especificação nº 96 ANSI/ADA (ADA, 1998), para cimentos odontológicos com base aquosa, preconiza que o agente cimentante deve apresentar consistência e espessura máxima de película de 25 µm.

Em estudo realizado por Jorgensen e Petersen (1963), eles demonstraram matematicamente que mesmo mínimas partículas de cimento, interpostas nas paredes axiais da interface pilar-retentor, geram fendas marginais consideráveis na altura da linha de término. Eles ainda encontraram, que a espessura de película de fosfato de zinco tem por si só, de 15 a 18µm, devido ao tamanho das partículas do pó.

A fenda marginal foi avaliada qualitativa e quantitativamente por Christensen (1966), onde o autor concluiu que a fenda marginal de 39µm é o limite entre o aceitável ou não do ponto de vista clínico.

Kay, Jablonski e Dogon (1986) em seus estudos, verificaram que a cada 20s de atraso no processo de manipulação do cimento, gera um aumento significativo no assentamento e na fenda marginal, que é da ordem de 20 µm. Concluíram também

que o aumento da viscosidade tem efeito dramático sobre o assentamento, sendo que as variações da viscosidade ideal, podem melhorar o assentamento em 45% ou piorar em 250%.

Para Phillips (1911) a espessura de película pode ser controlada através da pressão aplicada durante a cimentação, da proporção pó/líquido e da viscosidade do cimento de fosfato de zinco. Ainda segundo o autor, a espessura da película cimentante também é um fator de retenção e quanto mais fina a película, melhor é a ação do cimento.

Quanto a carga aplicada no momento da cimentação, utilizando o cimento de fosfato de zinco como agente cimentante, para se obter a película cimentante adequada, Fusayama, Ide e Hosoda (1964) puderam concluir que, a aplicação excessiva de carga estática, acima de 15kg, durante a cimentação, não teve efeito significativo sobre a fenda marginal.

Jorgensen (1960), demonstrou que o aumento da pressão de cimentação, gera melhor assentamentos à partir de forças de 5kg. Para ele, a pressão de cimentação é importante durante o primeiro minuto sobre o assentamento. Depois deste período, tal força deve ser mantida unicamente para que a peça não se desloque devido à pressão hidrostática do cimento. Ele também demonstrou o efeito da viscosidade, quer influenciado pela relação pó-líquido, quer influenciado pela temperatura, tem efeito dramático sobre qualquer assentamento, e este é afetado pelo grau de expulsividade do preparo.

2.3 Expulsividade

A literatura amplamente apresenta 6° como uma expulsividade ideal. No entanto, Shillingburg et al. (1998), afirmaram que tal medida é difícil de ser alcançada clinicamente. Outros autores também compactuam com esta conclusão, e entre eles, diversos utilizaram o grau de convergência das paredes axiais de 20°, como sendo o mais adequado e viável clinicamente (CONZ, 2003; EAMES et al., 1978; JORGENSEN, 1955; KAUFMAN; COLEHO; COLIN, 1961; NORDLANDER et al., 1988).

Um estudo comparativo entre três cimentos nos ensaios de tração, foi conduzido por Browning et al. (2002), utilizando molares extraídos que receberam preparos para coroa total com 3mm de altura e grau de convergência de 28° (14° de cada parede axial). O autor demonstrou a eficiência de cada agente cimentante na retenção da coroa, devido ao acentuado grau de convergência do preparo. Os cimentos foram manipulados conforme instruções dos fabricantes e as coroas foram assentadas com uma carga de 5kg.

Segundo os autores Zidan e Fergusson (2003), em um trabalho que interagiu diferentes angulações de paredes axiais com o tipo de cimento, demonstraram que a angulação das paredes axiais do preparo, exerce um papel fundamental na estabilidade e retenção das coroas, e preparos com graus de convergência nos preparos maiores que 24° são considerados expulsivos, e portanto críticos para a retenção da coroa.

3 PROPOSIÇÃO

A presente pesquisa visa monitorar, em ambiente com umidade relativa do ar (100%) e temperatura (37° C) controlados, a evolução da reação de presa do cimento de fosfato de zinco em função do tempo, utilizando uma luz laser não-destrutiva e sem contato com a amostra. Aplicando-se a técnica óptica de speckle dinâmico, avaliar-se-á o grau de atividade da reação de presa do cimento de fosfato de zinco, comparando-o com parâmetros obtidos por outros autores, em seus experimentos por métodos convencionais indiretos, através de ensaios mecânicos e químicos, e também discutir a importância clínica destes achados.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Os materiais de consumo, instrumentais e equipamentos, utilizados nesta pesquisa e descritos na metodologia do trabalho, estão relacionados a seguir:

- Água destilada (Miyako do Brasil Ind. e Com. Ltda., São Paulo, Brasil)
- Algodão hidrofílico (Cremer S.A., Blumenau, Brasil)
- Aparelho controlador de temperatura (Series 16A L.O.V.E. Controls, EUA)
- Balança de precisão (Marte Balanças e Aparelhos de Precisão, São Paulo, Brasil)
- Balança de precisão (Sartorius, Alemanha)
- Becker 50ml (Duran – Brand, Wertheim, Alemanha)
- Câmera CCD monocromática, modelo KP-M1 (Hitachi Denshi Ltd., Japão)
- Carbono líquido Arti-Spot vermelho (Bausch Articulating Papers Inc., EUA)
- Cilindros de aço inoxidável, de 2,5cm de diâmetro e 1,5cm de altura (Villares Siderurgia S.A., São Paulo, Brasil)
- Cimento de fosfato de zinco (Cimento de Zinco, 1 Claro, S.S. White Artigos Dentários Ltda., Rio de Janeiro, Brasil)
- Cuba lavadora ultra-sônica Ultrasonic Cleaner 1440D (Odontobras Ind. e Com. Equip. Med. Odontol. Ltda., São Paulo, Brasil)

- Destilador de água modelo 724/1-A (Fanem, São Paulo, Brasil)
- Detergente enzimático Removalon (Premier Dental Products Co. Ltd., EUA)
- Disco de polimento Exa-Intrapol branca (Edenta, Suíça)
- Espassador Tru-Fit golden (George Taub Products and Fusion Co., EUA)
- Espátula de resina antiaderente GTX 6 (Thompson Dental Manufacturing Co., EUA)
- Espátula nº 24F (Duflex - S.S. White Artigos Dentários Ltda., Rio de Janeiro, Brasil)
- Estufa de esterilização à calor Odontobras 1.1 Plus (Odontobras Ind. e Com. Equip. Med. Odontol. Ltda., São Paulo, Brasil)
- Lâminas de vidro (Biogalss, Garulhos, Brasil)
- Lâminulas de vidro (Perfecta, São Paulo, Brasil)
- Lâmpada halógena (Osram do Brasil, Osasco, Brasil)
- Laser de estado gasoso He-Ne modelo 1335P (Uniphase, Carlsbad, EUA)
- Lupa de aumento de 10 vezes (DF Vasconcelos Ind. e Com. Ltda., São Paulo, Brasil)
- Mesa óptica Newport (Research Series Table Top, Fountain Valley, EUA)
- Microcomputador e softwares desenvolvidos por membros do Laboratório de Óptica, IFUSP
- Micropipetas Eppendorf Research (Eppendorf, Brinkmann Instruments Inc., EUA)
- Microtubos (Brand, Wertheim, Alemanha)
- Monitor monocromático de 14", modelo M1200 (National Eletronics, Japão)
- Pasta HP para polimento (Heraeus Kulzer, Alemanha)
- Pinça clínica (Duflex - S.S. White Artigos Dentários Ltda., Rio de Janeiro, Brasil)
- Pincel nº 00 (Tigre S.A., São Paulo, Brasil)

- Pisseta graduada (Labcenter, Campinas, Brasil)
- Placa de alumínio anodizada em cor escura de $19 \times 11 \text{ cm}^2$ e 0,4mm de espessura (Alcan Alumínio do Brasil Ltda., São Paulo, Brasil)
- Placa de alumínio de $22 \times 12 \text{ cm}^2$ (Alcan Alumínio do Brasil Ltda., São Paulo, Brasil)
- Plataforma para padronizar a carga constante de cimentação, delineador modificado (Bio Art Equipamentos Odontológicos Ltda., São Paulo, Brasil)
- Ponta diamantada cilíndrica e tronco-cônica (Komet, Alemanha)
- Proveta graduada 1000mL (Brand, Wertheim, Alemanha)
- Recipiente de vidro de $20 \times 15 \times 10 \text{ cm}^3$
- Resina composta micro-híbrida Solidex (Shofu, Japão)
- Resistência elétrica 100 watts (Thermal Askoll, Itália)
- Silicone de condensação leve Xantopren (Heraeus Kulzer, Alemanha)
- Torno mecânico horizontal (Máquinas Sanches e Blanes, Ind. Brasileira, São Paulo, Brasil)

4.2 Métodos

4.2.1 Preparo dos pilares

Como já mencionado, este experimento propõe-se a avaliar a superfície do cimento de fosfato de zinco, durante a sua reação de presa, em tempo real. Para obter-se o desempenho satisfatório do agente cimentante e, simular o mais próximo

possível de uma situação clínica, foi obtido pilares através de cilíndricos em aço inoxidável.

Peças metálicas mostram-se bastante estáveis frente à metrologia óptica de speckle e a usinagem de preparos sobre cilindros de aço inoxidável é uma prática amplamente utilizada em pesquisas odontológicas, devido à elevada precisão, dureza, estabilidade dimensional e à fácil aquisição deste material (BOTTINO, 1998; DODGE et al., 1985; ISHIKIRIAMA et al., 1981; JORGENSEN, 1955; JORGENSEN, 1960; JORGENSEN; ESBENSEN, 1968; KAUFMAN; COELHO; COLIN, 1961; OILO; JORGENSEN, 1978; PASCOE, 1983; PIEMJAI, 2001; WANG; MILLSTEIN; NATHANSON, 1992; YAMAMOTO; SHIBAYAMA; SAITO, 1988).

Neste contexto, foi realizado um levantamento na literatura para se obter as dimensões e uma expulsividade de um dente molar para que simulasse melhor, um caso clínico de cimentação (ASH, 1993; FIGÚN; GARINO, 1989; PICOSSE, 1983). Dos dados levantados, foi estabelecido uma média das dimensões encontradas: 7,0mm de altura cérvico-oclusal. Apesar de determinada a altura cérvico-oclusal, ou seja a distância entre a junção amelo-cementária e a ponta de cúspide, deve-se descontar 1,5mm da profundidade clínica de sondagem em periodonto sadios de dentes posteriores, conforme os estudos de Nevins e Skurow(1984) e Wilson e Maynard (1981). E ainda, considerando um preparo de coroa metalo-cerâmica em dentes posteriores, a redução de 1,5 a 2,0mm na face oclusal, como preconiza Shillingburg et al. (1998), deve ser descontada da altura cérvico-oclusal.

O grau de convergência do preparo foi definido de acordo com a literatura levantada e anteriormente exposta. Apesar de a literatura apresentar amplamente 6º como expulsividade ideal (BOTTINO, 1998; HIRATA; MUENCH, 1982; O'CONNOR; NAYYAR; KOVARIK, 1990; SAGARA, 2001; SAITO, 1990), Shillingburg et al. (1997)

afirmaram que tal valor é dificilmente alcançado na prática clínica. Sendo assim, ficou estabelecida a expulsividade de 20° nas paredes axiais, que é um valor clinicamente viável e aceito nos estudos de preparos (EAMES et al., 1978; JORGENSEN, 1955; KAUFMAN; COELHO; COLIN, 1961; NORDLANDER et al., 1988).

Portanto, o preparo do pilar artificial em aço inoxidável foi confeccionado com uma altura de preparo determinada em 4,0mm e grau de convergência de 20°. E adotou-se um diâmetro de 10,0mm para que pudesse executar um preparo cônico, com linha de terminação em chanfro estreito de 1,2mm.

De posse das dimensões, os cilindros de aço inoxidável, de 2,5cm de diâmetro e 1,5cm de altura (Villares Siderurgia S.A., São Paulo, Brasil), foram torneados os preparos utilizando-se um torno mecânico horizontal (Máquinas Sanches e Blanes, Ind. Brasileira, São Paulo, Brasil) da Oficina de Mecânica do Departamento de Física dos Materiais e Mecânica do Instituto de Física da Universidade de São Paulo.

Esses cuidados na confecção do pilar artificial foram tomados para que, o procedimento de cimentação pudesse ser conduzido de maneira que simulasse com maior fidelidade a prática clínica, obtendo assim, uma cimentação com escoamento, assentamento e espessura de película do cimento de fosfato de zinco adequadas. Pois a mensuração com o laser será na superfície da película de cimentação e realizada apenas na face oclusal do pilar.

4.2.2 Confecção das coroas

Procedeu-se a limpeza dos pilares artificiais antes da confecção das coroas, que foram realizadas diretamente sobre os pilares prontos, evitando os procedimentos de moldagem e obtenção de troquéis, o que aumenta a precisão do experimento, assim como fizeram para a ceroplastias, Felton, Kanoy e White (1987), Ishikiriyama et al. (1981), Smith (1970), Tjan, Nayyar e Kovarik (1981), Tjan e Sarkissian (1986), Yamamoto, Shibayama e Saito (1988).

O pilar artificial foi colocado em um becker 50ml (Duran – Brand, Wertheim, Alemanha), e este conjunto levado para uma cuba lavadora ultra-sônica Ultrasonic Cleaner 1440D (Odontobras Ind. e Com. Equip. Med. Odontol. Ltda., São Paulo, Brasil), com água e acionado por 20 minutos. Destaca-se que o pilar ficou imerso durante toda essa etapa em uma solução contida no becker, de detergente enzimático Removalon (Premier Dental Products Co. Ltd., EUA) e água destilada, proveniente de um destilador de água modelo 724/1-A (Fanem, São Paulo, Brasil) na proporção de 1:5 (v:v), que foram medidos em uma proveta graduada 1000mL (Brand, Wertheim, Alemanha) manipulado no Laboratório da Estação Experimental Seminis (Seminis do Brasil Prod. e Com de Sementes Ltda., Paulínia, Brasil).

Após a limpeza, foram retirados com o auxílio de uma pinça clínica (Duflex - S.S. White Artigos Dentários Ltda., Rio de Janeiro, Brasil) e imersos em outro becker (Duran – Brand, Wertheim, Alemanha) contendo água destilada (Miyako do Brasil Ind. e Com. Ltda., São Paulo, Brasil) e levado novamente a cuba lavadora ultra-sônica por 10 minutos. Em seguida, manipulando-os com o cuidado de não tocar nas paredes do preparo, foram enxaguados com água destilada em abundância por

2 minutos, despejados com uma pisseta graduada (Labcenter, Campinas, Brasil), secos com ar comprimido por 2 minutos, e introduzidos em uma estufa de esterilização à calor Odontobras 1.1 Plus (Odontobras Ind. e Com. Equip. Med. Odontol. Ltda., São Paulo, Brasil) à 37° C por 15 minutos.

Após a secagem do metal, os preparos receberam quatro finas camadas de espessador Tru-Fit golden (George Taub Products and Fusion Co., EUA), que foram aplicados com pincél nº 00 (Tigre S.A., São Paulo, Brasil), aguardando 5 minutos para secagem entre cada aplicação. De acordo com Piemjai (2001) e Wang et al. (1992), esse procedimento produziria um alívio da ordem de 24µm. Por fim, recebeu uma fina camada de isolante à base de glicerina, manipulado em farmácia, que foi aplicado com pincél nº 00 (Tigre S.A., São Paulo, Brasil). Em seguida, uma primeira e fina camada de resina composta micro-híbrida, Solidex (Shofu, Japão), específica para laboratórios de prótese dental, foi aplicada envolvendo toda a superfície axial do preparo, com uma espátula de resina antiaderente GTX 6 (Thompson Dental Manufacturing Co., EUA), e fotoativado por luz halógena por 2 minutos.

A coroa foi construída pela axiais, deixando livre a face oclusal. Assim que terminou as faces axiais, uma lâminula de vidro (Perfecta, São Paulo, Brasil), de espessura menor que 1mm, foi posicionada, certificando-se de sua justaposição com a face oclusal do pilar. A resina composta foi aplicada progressivamente em pequenas porções e fotoativadas por 1 minuto entre elas, até envolver toda a lâminula de vidro, contornando e fixando-a com as paredes axiais. Ressalta-se que a face oclusal da coroa não foi coberta totalmente por resina, deixando uma abertura de 6,0mm de diâmetro na lâmina de vidro, por onde o feixe de laser irá passar.

Finalizada a confecção da coroa, recebeu uma fotoativação final por 5 minutos. Esta foi removida cuidadosamente do pilar e em sua parte interna realizou-

se um exame, com uma lupa de aumento de 10 vezes (DF Vasconcelos Ind. e Com. Ltda., São Paulo, Brasil), para identificação de possíveis falhas e fissuras.

Observa-se que a coroa de resina envolve toda a parede axial do preparo e também a lâminula de vidro, deixando apenas um orifício no centro, como mostra a Figura 4.1. Como as mensurações serão realizadas somente em uma pequena área da face oclusal e através desta abertura, o formato e a simetria da coroa não são relevantes.

Figura 4.1 - Pilar em aço inoxidável torneado e coroa de resina

Dando prosseguimento ao processo, acabamentos foram dados com pontas diamantadas (Komet, Alemanha), pedras de óxido de alumínio e polimento com disco exa-intrapol branca (Edenta, Suíça), com escovas em disco (Edenta, Suíça) e disco de feltro com pasta HP (Heraeus Kulzer, Alemanha).

Procedeu-se uma prova da adaptação, conforme preconiza a disciplina de Prótese Fixa do Departamento de Prótese da Faculdade de Odontologia da USP, em copings metálicos, com a avaliação da película de silicone de condensação leve Xantopren (Heraeus Kulzer, Alemanha). E também, aplicou-se uma camada de carbono líquido Arti-Spot vermelho (Bausch Articulating Papers Inc., EUA), como fez

Wang, Millstein e Nathanson (1992), sobre a superfície do preparo, e a coroa foi posicionada sobre o mesmo após secagem do carbono líquido. Removendo-se o retentor, avaliou-se a presença ou não, de possíveis marcas de carbono na coroa, ou riscos na camada de carbono no preparo, com o auxílio da lupa com 10 vezes de aumento. Caso estas marcas fossem visualizadas, procedia-se um desgaste na coroa para que se permita um assentamento passivo sobre o seu pilar (DARVENIZA et al., 1987).

Após isso, a limpeza das coroas foram realizadas, submergindo-as em becker de 50 ml (Duran – Brand, Wertheim, Alemanha) contendo tergentol e colocados no interior da cuba lavadora ultra-sônica com água, acionado por 20 minutos, e enxaguados seguindo os mesmos passos descritos anteriormente e secos com ar comprimido por 5 minutos.

4.2.3 Delineamento experimental

De posse dos pilares artificiais preparados e das coroas de resina indireta, cada conjunto, pilar e coroa, foi identificado e pesado em balança de precisão (Marte Balanças e Aparelhos de Precisão, São Paulo, Brasil) e seu valor de massa foi anotado para permitir comparações futuras, que serão descritas posteriormente.

Devido ao método do laser speckle ser altamente preciso e sensível, ele tem a vantagem de necessitar apenas uma pequena quantidade de amostras (BORBELY, 2005; GROENHUIS; JONGEBLOED; BOSH, 1980; SATO; MIYAZAKI; RIKUTA, 2004; SILVA, 2000).

Sendo assim, dividiu-se o experimento em grupos, a seguir:

- Grupo Referência (01 amostra)
23° C $\pm$ 1° / 55% $\pm$ 5% umidade relativa do ar
proporção pó/líquido acondicionados em microtubos
cimentação de cilindro entre duas lâminas de vidro

- Grupo 1 (05 amostras)
37° C $\pm$ 0,5° / 100% umidade relativa do ar
proporção pó/líquido acondicionados em microtubos
cimentação coroa/pilar

- Grupo 2 (05 amostras)
37° C $\pm$ 0,5° / 100% umidade relativa do ar
proporção pó/líquido pelo medidor do fabricante
cimentação coroa/pilar

4.2.4 Recipiente para controle de temperatura e umidade

O experimento foi realizado adotando-se os parâmetros da especificação nº 8 da ADA (1967), na qual a umidade relativa do ar é de 100% e a temperatura ambiente é mantida em 37° C (99° F), e também da especificação nº 96 ANSI/ADA (ADA, 1998) para cimentos odontológicos com base aquosa, a temperatura indicada

é de 37° C. Para tanto, construiu-se um recipiente de vidro de 20x15x10cm³, com paredes de 3mm de espessura, com o intuito de controlar a umidade e a temperatura. A base do recipiente foi isolado externamente com isopor para diminuir as trocas de calor com o meio externo.

Dentro do recipiente foi colocado 1,4L de água, que foi aquecida por resistência elétrica 100 watts (Thermal Askoll, Itália), com o objetivo de manter o ambiente à 37° C. Com a água no interior do recipiente, foi garantida a saturação de umidade, conseguindo assim, uma umidade relativa do ar de 100%.

Foi utilizado um aparelho controlador de temperatura (Series 16A L.O.V.E. Controls, EUA) com sensores que permitiam ser fixados bem próximos as amostras e/ou imersos na água. A resistência elétrica é conectada no controlador de temperatura, onde é possível selecionar em seu painel de controle (Figura 4.2), com display digital, a temperatura que se deseja atingir, no caso 37,0° C. O dispositivo aquece a água, ligando e desligando a resistência elétrica ininterruptamente, e calcula automaticamente a fração de tempo que deve ficar ligado e desligado. Essa fração de tempo sofre variações, como pode ser visualizado do display, até se atingir a temperatura selecionada. Mesmo ao atingir a temperatura, o controlador de temperatura continua sempre ativando e desativando constantemente a resistência, para manter a temperatura, mas neste momento, com uma fração de tempo maior desligado que ligado, ou seja, em nenhum momento a resistência elétrica é desligada por mais que dois segundos.

Figura 4.2 – Aparelho controlador de temperatura

Termostatos comuns aquecem até atingirem a temperatura e desligam, sendo então novamente ligados, somente quando o sensor verificar a queda de temperatura, nestes casos a variação chega a ser de 2°C . Através deste controlador de temperatura, devido ao seu mecanismo de funcionamento, as variações de temperaturas são pequenas, o que é de grande relevância para este experimento, devido a precisão e sensibilidade da metrologia óptica. A precisão do dispositivo no controle da temperatura é de décimo de grau, sendo assim, a variação permitida durante o experimento foi de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

Uma placa metálica, com dimensões de $22 \times 12\text{ cm}^2$ e $0,5\text{ cm}$ de espessura, com uma abertura retangular, em sua na região central, de $9 \times 6\text{ cm}^2$, foi utilizado com o propósito de funcionar como uma tampa para o recipiente de vidro. Esta placa recebeu isolantes térmicos em sua borda, para evitar as trocas diretas, do interior do recipiente de vidro com o meio externo. E ao redor da abertura, também foram fixados isolantes térmicos, permitindo, somente, que a amostra fique em ambiente controlado.

4.2.5 Equipamentos ópticos

O aparelho de laser (Figura 4.3) utilizado neste experimento está instalado no Laboratório de Óptica do Instituto de Física da Universidade de São Paulo. Este é um laser de estado gasoso He-Ne modelo 1335P (Uniphase, Carlsbad, EUA), com as seguintes especificações: 632,8 nm de comprimento de onda; potência máxima nominal de 10mA; polarização de 500:1.

Figura 4.3 – Equipamento de laser He-Ne

A montagem (Figura 4.4) é composta por um laser He-Ne, um polarizador, dois espelhos, uma câmera CCD (Charge Coupled Device) monocromática, modelo KP-M1 (Hitachi Denshi Ltd. Japão), com resolução de 480x640 pixels.

Figura 4.4 – Montagem experimental, vista lateral (a) e vista superior (b); e os componentes utilizados, laser He-Ne (c), polarizador (d) e espelhos planos (e) e (f)

Apesar de a montagem experimental não possuir elementos críticos que requeiram alinhamentos precisos, como ocorre com frequência em experimentos ópticos, alguns cuidados devem ser tomados. Particularmente, a estabilidade de todo o sistema é sem dúvida um fator importante, pois pequenas variações na geometria, ou vibrações oriundas do ambiente, provocam alterações significativas nas imagens dos padrões de speckle (SILVA, 2000). Para tanto, toda montagem e os componentes ópticos estão colocados sobre uma mesa óptica Newport (Research Series Table Top, Fountain Valley, EUA), específica para tal finalidade, com sistema de amortecimento de gás nitrogênio (Figura 4.5), para reduzir o efeito indesejável de vibrações. A mesa óptica está fechada por placas de madeira, em cor escura, no teto e nos seus lados, cortinas em cor escura, para impedir a entrada de luz proveniente do meio ambiente e permitir o acesso e manuseio ao experimento.

Figura 4.5 – Mesa óptica (a) e sistema de amortecimento a gás nitrogênio (b)

4.2.6 Speckle estático e speckle dinâmico

Com o desenvolvimento do primeiro laser, no início da década de 60, utilizando-se uma lâmpada de flash fotográfico para excitar um rubi de cristal (MAINMAN, 1960), foi introduzido o termo laser speckle, ou simplesmente speckle.

Quando uma luz coerente (laser) incide sobre uma superfície rugosa, podemos observar sobre um plano distante da superfície a formação de um padrão de aspecto granular (pontos claros e escuros), devido à interferência da luz espalhada em todas as direções (Figura 4.6). Segundo Silva (2000), a esse padrão granular, onde a intensidade luminosa varia espacialmente de maneira aleatória, é denominada de speckle. O padrão mais simples de speckle é aquele que é invariante temporalmente, também denominado speckle estático. Nesse padrão, a intensidade pode variar espacialmente dentro da região de observação, mas em

cada ponto ela se mantém constante com o passar do tempo. Em outros casos, o padrão de distribuição de intensidades varia temporalmente, dando origem ao speckle dinâmico. Esse tipo de padrão ocorre durante deslocamentos da superfície da amostra relativamente ao plano de observação ou à fonte de iluminação, ou ainda quando ela apresenta algum tipo de atividade química ou biológica superficial, sendo assim este padrão é portador de informação do estado da superfície do objeto.

Figura 4.6 – Esquema da formação da imagem de um padrão de speckle (a); não está representada a radiação incidente e apenas alguns raios estão representados interferindo em um único ponto sobre o plano de observação; em (b) imagem obtida com uma câmera CCD do padrão de speckle de uma superfície metálica

Atualmente são inúmeras as aplicações da técnica óptica (holográficas, interferométricas e de speckle) para obtenção de medidas precisas, envolvendo fenômenos da mais variada natureza, sendo aplicadas com sucesso na mensuração e caracterização de fenômenos físicos. Muitas vezes, o emprego de métodos ópticos pode substituir com vantagem a utilização de equipamentos tradicionais, como aparelhos mecânicos ou eletro-mecânicos. Uma característica bastante importante,

comum a esses métodos, é o fato de serem limpos e não-destrutivos. Por exemplo, na obtenção de medidas de rugosidade, os métodos ópticos apresentam algumas vantagens, em relação aos tradicionais perfilômetros mecânicos. Estes últimos percorrem a superfície da amostra tocando-a com uma ponta muito fina, transformando as diferenças de alturas das irregularidades em sinais elétricos, que são processados para se obter os resultados, com o inconveniente de se ter como fator limitante, o diâmetro da ponta do perfilômetro, além desta danificar a superfície analisada. O uso da técnica de correlação angular de speckle, permite a obtenção de resultados melhores ou tão bons quanto o método mecânico, sem danificar a superfície, pois apenas um feixe de laser interage com a superfície da amostra (BORBELY, 2005).

4.2.7 Padrões Espaço -Temporais de Speckle (THSP)

A câmera CCD captura as imagens dos padrões de speckle, que são digitalizadas e processadas pelo microcomputador, através de um software específico desenvolvido pela equipe do Laboratório de Óptica do IFUSP. O software permite capturas sucessivas, com intervalos de tempo regulares e predeterminados. Na simples observação de uma sequência de tais imagens, pode-se verificar qualitativamente o aspecto dinâmico da evolução da reação de presa do cimento de fosfato de zinco, através da deformação contínua dos grãos de speckle em função da variação da intensidade de cada pixel, que compõe a imagem. Por exemplo, comparando a sequência de imagens a seguir (Figura 4.7) de padrões de speckle,

obtidas de uma superfície metálica, com outra seqüência de imagens originadas da superfície da dentina de um dente bovino, ambos com intervalo de 0,5s. Nota-se que a primeira seqüência é praticamente invariante temporalmente e a segunda, apresenta uma contínua variação na intensidade e no formato dos grãos de speckle.

Figura 4.7 – Speckle estático na sequência 1 e speckle dinâmico na sequência 2

De acordo com Silva (2000), muito embora seja possível constatar qualitativamente a evolução do speckle dinâmico comparando-se imagens, é necessário obter-se informações quantitativas que caracterizam a evolução temporal do speckle, para isso, fez-se o uso dos padrões espaço - temporais de speckle (THSP – Time History - Speckle Pattern). As imagens THSP, são construídas pelo software, a partir dos padrões de speckle dinâmico capturados ao longo da evolução temporal da maneira descrita à seguir.

Durante um intervalo de tempo suficientemente longo (da ordem de 3h), obtém-se inúmeras imagens de padrões de speckle sucessivas, a intervalos de tempo curtos (da ordem de 0,5s) e regulares entre uma imagem e a próxima. De cada imagem obtida retirou-se uma linha do centro da imagem (sempre na mesma posição para todas as imagens) e transferiu-se para um arquivo, linha após linha, respeitando a ordem crescente da evolução temporal. O resultado final é uma imagem composta, onde cada linha é formada por diferentes pixels que integram a imagem original do padrão de speckle, e a cada coluna contém uma sequência temporal de valores de intensidades para um determinado pixel.

A partir dos THSP assim construídos, pode-se obter informações quantitativas sobre a evolução do processo dinâmico, calculando os coeficientes de correlação temporal. Qualitativamente, um THSP que apresenta colunas bem definidas, de espessuras e intensidades praticamente constantes, espelham processos com baixa atividade superficial. Por outro lado, superfícies com médio ou alto grau de atividade superficial (Figura 4.8) geram padrões espaço-temporais de speckle formados por colunas irregulares, interrompidas, ou até mesmo uma imagem parecida com um padrão de speckle instantâneo, quando a atividade é altíssima (SILVA, 2000).

Figura 4.8 – Imagens THSP, alta (a), baixa (b) atividade e praticamente estável em (c)

4.2.8 Coeficientes de correlação temporal

Os arquivos de THSP são as fontes de informações, que contêm a evolução temporal das linhas de pixels dos padrões de speckle. Para o tratamento dessas imagens, foram utilizados algoritmos computacionais.

A avaliação quantitativa, da taxa de variação temporal, do padrão de speckle foi realizado através do coeficiente de correlação temporal. Os valores dos coeficientes de correlação temporal calculados estão limitados, em módulo, ao intervalo de $[0,1]$.

Quando estes coeficientes são calculados utilizando-se os arquivos THSP, na realidade, faz-se uma comparação entre a linha de pixels no instante inicial com uma outra linha em um instante “ t ” posterior. A comparação é feita pixel a pixel, e para o caso de duas linhas idênticas, por exemplo, esse coeficiente assume valor 1, indicando assim, que não houve variação na intensidade dos pixels correspondentes.

4.2.9 Matriz de Co-Ocorrências (MCO)

Uma outra maneira de avaliar quantitativamente a taxa de variação temporal do padrão de speckle é através dos Momentos de Intensidades (MI), calculados a partir das matrizes de co-ocorrências, que é definida por:

$$MCO = [N_{ij}]$$

onde N_{ij} é o número de ocorrências de um certo valor de intensidade i seguido imediatamente por um valor de intensidade j . Em outras palavras, N_{ij} é o número de vezes que encontra-se o valor de intensidade j imediatamente após um valor de intensidade i . Por exemplo, o elemento $N_{2,8}$ nos fornece o número de vezes em que o valor de intensidade 2 foi imediatamente seguido pelo valor de intensidade 8. Para o presente estudo, os valores de intensidades irão variar de 0 a 255 tons de cinza.

Existe a necessidade de efetuar a normalização da MCO, obtendo-se uma Matriz de Co-Ocorrências Modificada (MCOM). Assim, pode-se atribuir uma MCOM (Figura 4.9) a cada imagem de THSP, e medir o grau de atividade de um speckle dinâmico, através dos valores de dispersão da matriz de co-ocorrências em torno da diagonal principal e momento de intensidades (MI), quantificará essa dispersão.

Figura 4.9 – Matrizes de co-ocorrência modificados, alta (a) e baixa (b) atividade

4.2.10 Programa de Aquisição de Dados

O programa para a aquisição de dados, processamento dos arquivos para a construção dos THSP e cálculo dos coeficientes de correlação temporal e momentos de intensidades, foi desenvolvido por membros do próprio Laboratório de Óptica do IFUSP. O software, denominado de Dinâmico, foi elaborado para o ambiente Windows 3.x, da Microsoft Corporation, utilizando-se o compilador Borland C++ versão 4.52 (Borland Internacional, Inc.) e bibliotecas de funções da Data Translation Global Lab, que agilizam a programação e o processamento das imagens obtidas pela placa digitalizadora.

O software captura as imagens de speckle, a intervalos de tempo regulares, e adiciona uma linha predeterminada desta imagem ao arquivo THSP, respeitando a ordem cronológica. As imagens são digitalizadas e convertendo-se os diferentes tons de cinza em valores inteiros que variam de 0 (negro) a 255 (branco). É possível selecionar o intervalo de tempo desejado entre imagens consecutivas (múltiplos de

centésimo de segundos). O arquivo de THSP é constituído de 480 linhas, e cada linha por 480 pixels. Estes arquivos constituem a base para o cálculo dos coeficientes de correlação temporal e dos momentos de intensidades. Um outro programa, escrito sobre o software MatLab versão 6 (Matlab R12 – The MathWorks, Inc.), faz a leitura do arquivo de THSP, linha por linha, e calcula os coeficientes de correlação, tomando-se a primeira linha como referência e comparando pixel por pixel, com os pixels correspondentes nas linhas subseqüentes, ou faz comparações entre duas linhas consecutivas, pixel a pixel de toda a imagem de THSP. Dessa maneira são gerados 479 valores de coeficientes de correlação para cada arquivo de THSP, que são gravados em outro arquivo, fornecendo assim, valores numéricos para o levantamento das curvas de correlação, em função do tempo. E através da imagem de dispersão das matrizes de co-ocorrências modificadas (MCOM) são calculados os valores dos momentos de intensidades.

4.2.11 Procedimentos

A água do recipiente de vidro foi aquecida pela resistência elétrica conectadas ao controlador de temperatura, de tal modo que o ar atmosférico em seu interior atingisse 37° C, captado pelo sensor fixado próximo a amostra e registrado no painel digital. Aguardou-se por mais 30 minutos para certificar a estabilização da temperatura e da umidade relativa do ar de 100%, que foi obtida com a saturação e condensação de água, observada nas paredes do recipiente.

Os pilares artificiais e as coroas passaram novamente por uma limpeza e secagem como descrito anteriormente na seção 4.2.2 e 4.2.3 respectivamente, antes da cimentação. Somente pilares foram armazenados em ambiente com 100% de umidade relativa do ar e 37° C por pelo menos 30 minutos e secos com algodão hidrofílico antes de proceder a cimentação, simulando a temperatura da cavidade bucal.

Como a cimentação é um passo crítico, especialmente quando se deseja padronizá-la, diversos cuidados técnicos foram providenciados.

A utilização de uma plataforma de cimentação (delineador modificado), possibilitou a cimentação perpendicular e sempre do mesmo modo, com carga constante de 5kg durante 1 minuto (JORGENSEN, 1960).

Uma placa de alumínio anodizado em cor escura, de 19x11cm² e 0,4mm de espessura, foi confeccionada para fixar a amostra. Um entalhe na face inferior desta placa, no formato da oclusal da coroa, foi realizado para posicionar a amostra sem maiores dificuldades e ainda, uma marcação foi feita para guiar o seu posicionamento, permitindo assim que seja sempre o mesmo, em relação a placa anodizada. Esta, por sua vez era fixada por meio de parafusos, diretamente sobre a mesa óptica, onde está toda a montagem dos equipamentos ópticos e o recipiente com ambiente controlado. Além disso, um orifício 10,0mm, nesta placa metálica permitia o feixe de laser incidir sobre a amostra. Todo esse cuidado é necessário para que a radiação laser percorra sempre o mesmo caminho até a superfície da amostra, atravessando sempre, no mesmo ponto da lâmina de vidro. Marcações na coroa e no pilar, também foram realizadas para guiar a cimentação, colocando sempre na mesma posição.

O marca comercial do cimento de fosfato de zinco odontológico selecionado foi Cimento de Zinco, 1 Claro (S.S. White Artigos Dentários Ltda., Rio de Janeiro, Brasil).

Proporcionamento apurado do pó e líquido do cimento de fosfato de zinco é fundamental para um elevado desempenho de suas propriedades, segundo Jorgensen (1960), Jorgensen e Esbensen (1968) e Paffenbarger, Sweeney e Isaacs (1934).

Portanto, no grupo referência e no grupo 1, foram utilizados uma proporção mais rigorosa. Após algumas pesagens na balança de precisão (Sartorius, Alemanha) do pó do cimento, proporcionado no medidor com três marcas, fornecido juntamente com o produto, uma média da massa foi obtida. O mesmo procedeu-se com o líquido, pesando-se as quatro gotas recomendadas pelo fabricante. O procedimento resultou em uma média de massa de 0,390g de pó e 0,280g de líquido.

O pó, com o valor médio de massa obtido, foi transferido para microtubos (Brand, Wertheim, Alemanha) com o auxílio lâminas de papel alumínio, e a quantidade de líquido equivalente ao seu peso (0,230mL), foram também acondicionados em microtubos (Brand, Wertheim, Alemanha), utilizando-se micropipetas Eppendorf Research (Eppendorf, Brinkmann Instruments Inc., EUA), como ilustrado na Figura 4.10. Estes procedimentos foram realizados pelo Laboratório da Estação Experimental Seminis (Seminis do Brasil Prod. e Com. de Sementes Ltda., Paulínia, Brasil), obtendo-se assim cápsulas precisamente dosadas, de pó e líquido, do cimento de fosfato de zinco.

Figura 4.10 – Acondicionando pó (a) e líquido (b) em microtubos, em (c) rack com microtubos de pó e líquido do cimento de fosfato de zinco precisamente proporcionados

Já no grupo 2, a proporção pó/líquido utilizada, foi segundo as indicações do fabricante do cimento de fosfato de zinco da S.S. White, para cimentação, que deve ser dosado no medidor com três marcas, que acompanha o próprio produto, para quatro gotas de líquido.

No grupo referência, foi utilizado a proporção de pó e líquido acondicionados em microtubos (Brand, Wertheim, Alemanha), como no grupo 1. A cimentação foi realizada entre duas lâminas de vidro (Bioglass, Guarulhos, Brasil), interposto por um cilindro metálico, de 11mm de diâmetro e 5mm de altura, para conter o cimento.

Em todos os grupos, a mistura era feita à temperatura de $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}$ e umidade relativa do ar de $55\% \pm 5$, utilizando-se uma placa de vidro de 15mm de espessura e uma espátula nº 24F de aço inoxidável (Duflex - S.S. White Artigos Dentários Ltda., Rio de Janeiro, Brasil), usando a maior área possível da placa. O pó dividido em porções 1/2, 1/4, 1/8, 1/16, e duas porções de 1/32 com tempos de mistura acrescentando-se da menor para a maior porção, 10, 10, 10, 15, 15 e 30s respectivamente, totalizando 90s de espatulação, de acordo com a conduta adotada

por Alencar (1998), Ayad, Rosenstiel e Salama (1997), Bottino (1998), Fiori (1994) e Paffenbarger, Sweeney e Isaacs (1934).

No grupo referência, cimento foi colocado no interior do cilindro, que se encontrava sobre uma lâmina de vidro, com a própria espátula. Após preencher o cilindro, uma segunda lâmina de vidro era colocado sobre o cilindro, e mantido sobre pressão (massa de 5kg) através do delineador modificado por 1 minuto.

Para os grupos 1 e 2, o cimento foi aplicado com pincel nº 00 (Tigre S.A., São Paulo, Brasil) sobre o preparo e a coroa, tal procedimento garante uma camada uniforme de cimento e reduz os excessos que poderiam impedir um correto assentamento, de acordo com Ayad e Rosenstiel (1996), Ayad, Rosenstiel e Salama (1997), Darveniza et al. (1987), Fiori (1994), Ishikiriama et al. (1981), Piemjai (2001), Sagara (2001), Wang, Millstein e Nathanson (1992) e Yamamoto, Shibayama e Saito (1988).

Com a coroa já em posição na placa metálica anodizada, procedeu-se a cimentação do pilar sobre a coroa, seguindo as marcações guias, valendo-se do dispositivo desenvolvido (delineador modificado) para padronizar a força de cimentação (massa de 5 kg), citado anteriormente, foi mantido por 1 minuto, como preconiza Jorgensen (1960).

Destacamos que todo o processo foi executado por um único operador, previamente treinado e calibrado para tal finalidade, como recomenda Tjan, Sarkissian e Miller (1981).

Durante o minuto da cimentação, o conjunto coroa e pilar, foi fixado na placa de alumínio anodizada, por meio de um suporte com parafusos. Após completado o tempo estipulado da cimentação, o conjunto, placa metálica e amostra, foram rapidamente transferidos e fixados na mesa óptica, ficando a amostra dentro do

recipiente de vidro com ambiente controlado. A radiação laser foi incidida imediatamente após o término da fixação da placa metálica anodizada sobre o recipiente.

Tomou-se o devido cuidado para que o feixe do laser incidisse no centro da face oclusal, pelo orifício aberto na placa de alumínio.

Já na amostra do grupo referência, imediatamente após a cimentação, o conjunto foi posicionado sobre a mesa óptica, em ambiente de 23° C e 55% de umidade relativa do ar e o feixe de radiação incidiu no centro do cilindro.

No caso desta pesquisa, desde a preparação do cimento até a sua presa, a microestrutura é dinâmica e com isso ocorre uma cintilação (a distribuição de intensidades varia temporalmente) no padrão de speckle resultante, que é tanto mais intenso quanto maior for a movimentação e a atividade durante a reação de presa do cimento.

O laser de He-Ne emite um feixe com cerca de 1mm de diâmetro que incide horizontalmente sobre um espelho plano, que é direcionado para um segundo espelho plano. Esse feixe é então, desviado por esse segundo espelho de forma a incidir sobre amostra estudada. Entre o laser e o primeiro espelho há um polarizador, para garantir a polarização da radiação incidente e também controlar sua intensidade.

A radiação incidente, após interagir com a superfície da amostra, é espalhada em todas as direções. Uma câmera CCD é colocada numa posição para registrar uma parcela desta radiação espalhada do padrão de speckle.

Vale ressaltar um fator importante: a câmera CCD deve responder linearmente às variações de intensidades e também ser homogênea em toda a extensão de sua matriz de elementos fotossensíveis. Tal característica foi verificada

em um estudo realizado por membros do Laboratório de Óptica do IFUSP (BLANE; MURAMATSU; SILVA, 1998).

As imagens capturadas pela CCD são transferidas, via cabo a um monitor monocromático de 14", modelo M1200 (National Eletronics, Japão), e em seguida para uma placa digitalizadora (Data Translation, modelo DT55-60), instalada em um microcomputador (Figura 4.11). Esses equipamentos não estão instalados na mesa óptica com amortecimento.

Figura 4.11 – Equipamentos de processamento de imagens (a) e câmera CCD (b)

O intervalo de tempo selecionado, entre a aquisição de uma imagem de speckle e a seguinte, para realizar as medições foi de 0,5 segundo. São necessárias 480 imagens, o que implica num intervalo de tempo total de 4min (240s) para aquisição. Para cada imagem obtida, é selecionada uma linha do centro da imagem do padrão de speckle, posição 240, indo da coluna 80 à coluna 559 (linha com 480 pixels) para a gravação e construção do arquivo de THSP. Assim sendo, cada THSP

foi gerado num intervalo de tempo de 4min, e o processo se repetiu sucessivamente para cada amostra.

Por fim, a coroa e o pilar foram separados e imersos no detergente enzimático, procedendo-se a limpeza dos pilares e coroas, seguindo todo o processo como anteriormente descrito. Após secagem do pilar e da coroa, eles foram pesados novamente para avaliar se houve diferenças significativas em sua massa, oriundos de restos de cimentos ou desgastes do pilar e/ou coroa, confirmando se o processo de limpeza foi completo. Tal procedimento foi realizado por 5 vezes, em cada um dos grupos 1 e 2. Esta conduta é defendida por Bottino (1998), Dodge et al. (1985), Ishikiriama et al. (1981), Jorgensen (1955), Jorgensen (1960), Pascoe (1983), Piemjai (2001), Yamamoto, Shibayama e Saito (1988), pois acredita-se que as medições feitas nos mesmos corpos de prova aumentam a precisão do experimento e consequentemente, a confiabilidade dos dados coletados.

5 RESULTADOS

As propriedades físicas da radiação eletromagnética espalhada por uma superfície rugosa são descritas com detalhes por Bekmann e Spizzichino (1963), e um tratamento estatístico detalhado, pode ser encontrado nos trabalhos de Goodman (1984), e muito embora estes autores não sejam os únicos a tratarem do assunto, eles são considerados referências consagradas nesta área (SILVA, 2000).

Nas figuras seguintes (Figuras 5.1 a 5.10) estão apresentadas alguns dos arquivos de imagem THSP, para as amostras de cada grupo, que espelham o comportamento do cimento de fosfato de zinco durante a sua reação de presa.

Os arquivos de THSP correspondem a uma matriz de 480 linhas por 480 colunas (480 x 480 pixels). A evolução temporal ocorre verticalmente para baixo e da esquerda para a direita. A primeira sequência de imagens (à esquerda) correspondem aos primeiros 15 minutos, contados à partir do instante inicial, onde cada imagem corresponde a 4 minutos de monitoramento do cimento. Entre uma imagem e a próxima há um intervalo de tempo de 1 minuto. A segunda sequência (no centro), têm-se imagens de 20, 30 e 40 minutos, com intervalo entre imagens de 10 minutos. E a terceira sequência abrange o intervalo de tempo de 60, 120 e 180 minutos, com diferença de 1 hora entre uma imagem e a outra.

Figura 5.1 - Imagens de THSP da amostra 1 do grupo 1. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.2 - Imagens de THSP da amostra 2 do grupo 1. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.3 - Imagens de THSP da amostra 3 do grupo 1. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.4 - Imagens de THSP da amostra 4 do grupo 1. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.5 - Imagens de THSP da amostra 5 do grupo 1. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.6 - Imagens de THSP da amostra 1 do grupo 2. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.7 - Imagens de THSP da amostra 2 do grupo 2. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.8 - Imagens de THSP da amostra 3 do grupo 2. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.9 - Imagens de THSP da amostra 4 do grupo 2. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.10 - Imagens de THSP da amostra 5 do grupo 2. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Os gráficos das correlações temporais são traçados através dos arquivos de THSP. Compara-se uma linha de pixels de um arquivo THSP, com a linha subsequente e assim, sucessivamente para os instantes “t” posteriores do mesmo arquivo de THSP. Com isso, são obtidos 479 coeficientes de correlação temporal, para este arquivo de THSP. Assim sendo, cada arquivo de THSP possui sua correspondente curva no gráfico da correlação.

No eixo y estão os coeficientes de correlação, e no eixo x, o tempo para a aquisição dos dados para o levantamento de cada curva do gráfico, que foi de 4 minutos. Cada gráfico (Gráficos 5.1 a 5.10) apresenta a curva correspondente ao período decorrido do monitoramento da reação de presa do cimento de fosfato de zinco, de acordo com o intervalo de tempo indicado na legenda do gráfico.

Gráfico 5.1 – Correlação x tempo(s) - Grupo 1: amostra 1

Gráfico 5.2 – Correlação x tempo(s) - Grupo 1: amostra 2

Gráfico 5.3 – Correlação x tempo(s) - Grupo 1: amostra 3

Gráfico 5.4 – Correlação x tempo(s) - Grupo 1: amostra 4

Gráfico 5.5 – Correlação x tempo(s) - Grupo 1: amostra 5

Gráfico 5.6 – Correlação x tempo(s) - Grupo 2: amostra 1

Gráfico 5.7 – Correlação x tempo(s) - Grupo 2: amostra 2

Gráfico 5.8 – Correlação x tempo(s) - Grupo 2: amostra 3

Gráfico 5.9 – Correlação x tempo(s) - Grupo 2: amostra 4

Gráfico 5.10 – Correlação x tempo(s) - Grupo 2: amostra 5

A seguir, são apresentadas as figuras (Figuras 5.11 a 5.20) correspondentes as Matrizes de Co-Ocorrência Modificada (MCOM), oriundos dos arquivos THSP, com os respectivos intervalos de tempo de mensuração, conforme indicado na legenda. Os valores dos Momentos de Intensidades, listados nas Tabelas 5.1 e 5.2, são obtidos através das MCOM, como mencionado anteriormente, na seção 4.2.9 matrizes de co-ocorrência.

Tabela 5.1 – Momentos de intensidade (MI), das amostras do grupo 1, como os respectivos tempos

Grupo 1	amostra 1	amostra 2	amostra 3	amostra 4	amostra 5
5 min	5886,0	8665,0	14853,1	8693,6	13500,4
10 min	3934,3	5260,7	2419,4	1474,3	3276
15 min	2885,5	4882,6	3391,1	1808,7	2297,3
20 min	2414,3	2850,9	2339,1	3004,3	2381,4
30 min	3257,8	2885,2	1244,4	844,5	1995,1
40 min	2619,6	1784,3	1910,1	1201,9	1972,5
60 min	2018,4	1699,6	1849,9	2131,3	1806,8
120 min	1238,1	1655,3	1541,6	1074,9	1647,4
180 min	1674,9	1648,2	1279,1	1073,6	1706,3

Tabela 5.2 – Momentos de intensidade (MI), das amostras do grupo 2, com os respectivos tempos

Grupo 2	amostra 1	amostra 2	amostra 3	amostra 4	amostra 5
5 min	10781,4	6475,8	6607,9	4383,7	4172,2
10 min	2125,3	3153,8	3334,2	2784,7	2818,6
15 min	2739,7	1693,3	860,5	1694,9	2711,9
20 min	2183,3	1866,9	894,5	919,8	2505,2
30 min	1282,2	1082,5	431,0	779,7	1971,6
40 min	2405,7	910,7	1805,2	795,6	2017,2
60 min	2520,2	583,0	1352,9	843,4	2156,4
120 min	1848,7	517,4	2023,1	907,9	1978,2
180 min	1855,3	531,1	1418,2	419,7	2091,9

A partir destes valores de MI, calculados pela dispersão das matrizes, as curvas foram levantadas, como mostra o Gráfico 5.12.

No eixo y, estão os momentos de intensidade, e no eixo x, o tempo correspondente a cada valor e MI, no instante da aquisição da imagem.

Cada curva representa o período decorrido do monitoramento da evolução da reação de presa do cimento de fosfato de zinco, de uma amostra do grupo, com o seu respectivo tempo.

Gráfico 5.12 - Momentos de Intensidade x tempo (min), dos grupos 1 e 2

Figura 5.11 - Imagens de MCOM da amostra 1 do grupo 1. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.12 - Imagens de MCOM da amostra 2 do grupo 1. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.13 - Imagens de MCOM da amostra 3 do grupo 1. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.14 - Imagens de MCOM da amostra 4 do grupo 1. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.15 - Imagens de MCOM da amostra 5 do grupo 1. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.16 - Imagens de MCOM da amostra 1 do grupo 2. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.17 - Imagens de MCOM da amostra 2 do grupo 2. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.18 - Imagens de MCOM da amostra 3 do grupo 2. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.19 - Imagens de MCOM da amostra 4 do grupo 2. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

Figura 5.20 - Imagens de MCOM da amostra 5 do grupo 2. O tempo cresce verticalmente para baixo: à esquerda 05, 10, 15min; no centro 20, 30, 40min; à direita 60, 120 e 180min

6 DISCUSSÃO

Avaliando-se as sequências de imagens de THSP (Figuras 5.1 a 5.10), é possível observar visualmente, que no início a atividade da reação de presa é grande, resultando em uma imagem parecida com um padrão de speckle instantâneo ou em uma imagem “borrada”. A medida que o tempo evolui, nota-se que as imagens de THSP vão tendendo para a formação de linhas verticais, e é durante essa transição, que ocorre a reação de presa do cimento de fosfato de zinco.

De acordo com Silva (2000), qualitativamente, um padrão THSP de speckle que apresenta colunas bem definidas, de espessura e intensidades praticamente constantes, espelham processos com baixa ou nenhuma atividade. Por outro lado, superfícies com médio ou alto grau de atividade geram THSP de speckle formados por colunas irregulares, interrompidas, ou até mesmo uma imagem parecida com um padrão de speckle instantâneo, quando a atividade é altíssima.

A análise qualitativa das imagens de THSP, dos grupos 1, permitem verificar visualmente a queda na velocidade da atividade microestrutural da reação de presa do cimento de fosfato de zinco. No intervalo de tempo de 5min (imagem “borrada”) a 180min (formação de linhas verticais) houve uma tendência a estabilização. Observa-se qualitativamente, na maioria das amostras, que nos primeiros 20min a atividade ainda é alta, formando ainda imagens de THSP “borradas”.

No grupo 2, verifica-se na amostra 5, imagens ainda “borradas”, e com interrupções horizontais, ao longo de toda mensuração.

Com os coeficientes obtidos pelo processamento dos arquivos de THSP, conforme foi elucidado anteriormente, são traçadas as curvas de correlação temporal (Gráficos 5.1 a 5.10) para este arquivo de THSP. Assim sendo, cada arquivo de THSP possui sua correspondente curva no gráfico da correlação.

Nos grupos 1 e 2, pela análise quantitativa dos coeficientes de correlação temporal, e observando os gráficos e comportamento das curvas levantadas a partir desses valores de correlação, percebe-se, desde intervalo inicial e até os 20 minutos, que os coeficientes têm valores menores e uma oscilação muito grande nas curvas traçadas. O que se assemelha com a análise qualitativa das imagens THSP. Pode-se verificar ainda, que nos valores de correlação, a tendência de estabilização se inicia aos 30 minutos, onde o padrão oscilatório diminui, como no gráfico, e com os desvios menores que 1% (Tabela 6.1).

Pelos valores dos desvios padrão dos coeficientes, podemos quantificar o grau de atividade na reação de presa do cimento de fosfato de zinco. As amostras do grupo 1, apresentaram comportamentos semelhantes, com exceção a curva de 60 minutos da amostra 2, onde o desvio foi de 1,2%. No entanto, o grupo 2 apresentou, nas amostras 2 e 4, o menor desvio padrão, é provável que seja devido a proporção do pó e líquido para a espatulação do cimento de fosfato de zinco. Uma peculiaridade na amostra 5 do grupo 2, observada pelos desvios padrão dos coeficientes de correlação e também pela sequência de imagens THSP (Figura 5.10), onde verificam-se interrupções horizontais, provavelmente devido as flutuações de energia no momento das mensurações, fez com que o desvio padrão desta amostra seja a maior entre todas as amostras testadas.

Tabela 6.1 - Desvio padrão dos coeficientes de correlação e tempos de medida, dos grupos 1 e 2

Correlação		dp - 5 min	dp - 30 min	dp - 60 min	dp - 180min
Grupo 1	amostra 1	0,013291	0,004429	0,004044	0,003763
	amostra 2	0,058744	0,008858	0,011818	0,008805
	amostra 3	0,095053	0,005497	0,006845	0,004686
	amostra 4	0,038322	0,004293	0,005117	0,003228
	amostra 5	0,061831	0,009692	0,007207	0,006940
Grupo 2	amostra 1	0,042953	0,010366	0,009222	0,009702
	amostra 2	0,058855	0,001696	0,001013	0,000762
	amostra 3	0,029111	0,003836	0,005357	0,009293
	amostra 4	0,118427	0,001396	0,000988	0,000672
	amostra 5	0,011433	0,009283	0,012192	0,010203

O método dos momentos de intensidade são mais sensíveis, pois os momentos de intensidade são proporcionais ao quadrado da distância do elemento da matriz de co-ocorrências modificada à diagonal principal. Uma variação brusca na intensidade de um pixel, adiciona um valor não nulo a um elemento bastante afastado da diagonal principal da matriz de co-ocorrências modificada (SILVA, 2000).

Como o THSP é composto por tons de cinza variando de 0 a 255, neste estudo as matrizes de co-ocorrências têm dimensão 256x 256. Caso as intensidades não mudem ao longo do tempo, os únicos valores não nulos na MCOM, serão aqueles dispostos ao longo da diagonal principal. Do contrário, esses valores encontrar-se-ão dispersos ao redor da diagonal principal. Para quantificar o nível de atividade, é calculada a dispersão dos pixels em torno da diagonal principal, ponderando-se a intensidade no ponto pela sua distância em relação à diagonal, que são os momentos de intensidades (SILVA, 2000).

O gráfico a seguir, dos momentos de intensidade da amostra do grupo referência, foi traçado na mesma escala dos anteriores para os grupos 1 e 2 (Gráfico 5.12), para efeito de comparação. Observa-se nitidamente que, nos primeiros

minutos, já se tem uma estabilidade muito maior em relação as demais amostras testadas.

Gráfico 6.1 - Momentos de Intensidade x tempo (min), grupo referência

Isto é confirmado verificando-se o desvio padrão, dos momentos de intensidade das amostras, tanto do grupo 1 como do grupo 2, em relação ao grupo referência (Tabela 6.2). Foi calculado o desvio padrão no intervalo de 10 a 40 minutos, excluindo os primeiros 5 minutos, devido a alta atividade na reação de presa do cimento, que apresentou valores muitos dispersos e coeficientes de correlação que variam de maneira aleatória, assumindo inclusive valores negativos, por este motivo, não foram inclusos no cálculo.

Tabela 6.2 – Desvio padrão dos Momentos de Intensidade(MI), dos grupos 1, 2 e referência, para o intervalo de 10 a 40 minutos

MI	desvio padrão
Grupo referência	288
Grupo 1 amostra 1	600
amostra 2	1479
amostra 3	785
amostra 4	827
amostra 5	530
Grupo 2 amostra 1	540
amostra 2	886
amostra 3	1159
amostra 4	864
amostra 5	392

Os desvios padrão dos momentos de intensidade, demonstram como o grupo referência tem uma estabilidade significativamente maior, nos primeiros 40 minutos, ou seja, o grau de atividade que esta amostra apresenta, é bem menor em relação as demais amostras dos grupos 1 e 2. Tal fato ocorreu, provavelmente pela menor umidade relativa do ar ($55\% \pm 5$), uma vez que a presença de água está diretamente relacionada com a continuidade da reação conforme Harvey, Le Brocq e Rakowski (1944), e/ou devido ao maior volume de cimento, que pela sua reação ser exotérmica (DENNISON; POWERS, 1974), deve ter acelerado a sua reação de presa.

Entretanto, apesar da amostra referência ter se estabilizado mais rapidamente em relação às amostras dos grupos 1 e 2, em um mesmo intervalo de tempo, verificou-se variações dos momentos de intensidade (Tabela 6.3), após 60 minutos. Tal fato é atribuído a contração e as fissuras do cimento sobre a lâmina de vidro, que foram percebidas em tempo real no monitor conectado a câmera CCD durante as mensurações, e após o término do monitoramento também foi possível verificar visualmente, as trincas e os destacamentos do cimento da lâmina de vidro. Isto

ocorreu devido ao fato da amostra sofrer incidência da radiação laser em ambiente com umidade relativa do ar de $55\% \pm 5\%$, como já demonstraram Oilo (1975) e Vieira e Araújo (1965) em seus estudos de alterações dimensionais. A duração do tempo de mensuração foi de 120 minutos, interrompido diante dos fatos encontrados.

Tabela 6.3 – Momentos de intensidade (MI) do grupo referência, com os respectivos tempos

Grupo referência	MI
5 min	14853,1
10 min	2172,2
15 min	1829,5
20 min	1699,3
30 min	1613,4
40 min	1396,2
60 min	908,6
70 min	1325,3
80 min	2786,6
90 min	2145,8
100 min	2123,8
110 min	2693,7
120 min	3124,2

De maneira geral, observando-se os gráficos dos momentos de intensidade do grupo 1, nota-se uma tendência a estabilização aos 60 minutos que se mantém e perdura até 180 minutos.

Ainda é possível verificar o agrupamento das curvas, que se convergem, e se tornam estáveis, sem grandes oscilações, ficando próximas umas as outras. Pode-se inferir que foi devida a precisa proporção de pó e líquido realizado no grupo 1, através da pesagem e acondicionamento em microtubos.

Diferentemente do observado no grupo 2, que apesar da tendência de estabilização, o agrupamento das curvas traçadas ocorre praticamente aos 120 minutos. O comportamento destas curvas diferem das do grupo 1, pois apresentam

um ligeiro distanciamento entre elas, provavelmente devido ao método utilizado por este grupo na relação pó e líquido do cimento de fosfato de zinco.

Sendo assim, pode-se afirmar que pelos valores de momentos de intensidade, a proporção de pó e líquido na mistura do cimento de fosfato de zinco é crítica, o que corrobora com os achados de Craig e Ward (1997), Dennison e Powers (1974), Eames et al. (1977), Jorgensen (1960), Jorgensen e Esbensen (1968), Oilo (1975), Paffenbarger, Sweeney e Isaacs (1934).

Isso foi possível de ser verificado, devido a técnica óptica de speckle ser extremamente sensível.

Para efeito de comparação reuniram-se os outros dados encontrados por outros autores em seus estudos, como pH e resistência à compressão. Os estudos de pH são mais similares ao método do laser speckle, pois as mensurações são realizadas em tempo real, durante a reação de presa do cimento de fosfato de zinco. Comparando-se os resultados obtidos por pesquisadores com relação a resistência à compressão, nos primeiros instantes da reação de presa do cimento, aos resultados obtidos pelo método do laser speckle, nota-se diferenças significativas.

Estabelecendo o tempo de 20 minutos, como um tempo clínico médio, para a finalização de uma cimentação de um elemento protético, observa-se que a resistência à compressão aos 20 min é da ordem de 855 kg/cm^2 (BRYANT; WING, 1976), que ultrapassa o valor mínimo, 700 kg/cm^2 , de resistência à compressão recomendado pela especificação nº 8 da ADA (1967) para após 24 horas.

Pelo método do laser speckle nota-se que, até os primeiros 20 minutos, os valores dos momentos de intensidade das amostras dos grupos 1 e 2, encontram-se, em média 35% maiores que o grupo referência, indicando que ainda existe uma

alta atividade microestrutural. O que também é verificado pelas oscilações apresentadas pelas curvas dos gráficos dos momentos de intensidade.

Entretanto, ainda no estudo de Bryant e Wing (1976), após 60 minutos, a resistência à compressão atinge 910 kg/cm^2 e percebe-se a estabilização da reação de presa do cimento, pois era de 960 kg/cm^2 após 24 horas. (Tabela 2.1). Também, segundo Civjan e Brauer (1964) e Smith (1971), após 24 horas o cimento atinge 990 kg/cm^2 de resistência à compressão.

Apesar da grande divergência nos valores de pH encontrados nos primeiros 20 minutos, entre os autores em suas pesquisas, como constatado na revisão de literatura deste trabalho, é possível verificar uma estabilização a partir dos 30 minutos (Tabelas 2.3 e 2.4).

Após 60 minutos, segundo Duymus (2004) e Phillips (1991), observa-se que o pH é da ordem de 4,5. E ainda, de acordo com Duymus (2004), aos 30 minutos o pH era de 4,46 e de 4,98 aos 120 minutos, e com Phillips (1991), o pH era de 3,71 aos 30 minutos. Isto confirma a tendência de estabilização da reação de presa do cimento de fosfato de zinco, no estudo do pH realizado por estes autores.

Existiu um consenso maior entre os pesquisadores quanto ao valor do pH, após 24 horas, que ficou na ordem de 6,0 (ATTAR; TAM; MCCOMB, 2003; CHARLTON; MOORE; SWARTZ, 1991; DUYMUS, 2004; PEARSON; ATKINSON, 1987; PHILLIPS, 1991; SMITH; DORIN RUSE, 1986). Entretanto, não foi possível verificar um período tão longo através do método do laser speckle.

Tais estudos, realizados por estes autores utilizando parâmetros físicos e químicos, para a avaliação da reação de presa do cimento de fosfato de zinco, se convergem e corroboram com os dados encontrados pela técnica de óptica speckle dinâmico, onde a estabilização estimada pelos valores dos momentos de

intensidades é também de 60 minutos, o que demonstra que a metrologia óptica de speckle dinâmico é bastante válida.

7 CONCLUSÕES

7.1 A metodologia aplicada, utilizando um ambiente (recipiente) que simula as condições de temperatura e umidade relativa do ar da cavidade bucal, amostras que se assemelham aos procedimentos executados na prática clínica e a utilização de um método de mensuração sem contato e não destrutivo, permitiu a obtenção de resultados mais fiéis e que evidenciou uma implicação clínica de grande relevância. Nos primeiros 20 minutos a atividade é extremamente alta, e neste intervalo de tempo é que se realiza a cimentação de um elemento protético e o paciente começa a exercer carga mastigatória sobre o cimento, que ainda está no início de sua reação de presa, podendo comprometer as propriedades do cimento de fosfato de zinco.

7.2 Houve uma discordância nos tempos de presa para o cimento, citados na literatura, 5 a 9 minutos, e os encontrados pelo método do speckle dinâmico. O tempo de presa de 10 minutos, foi alcançado por esse método, apenas na amostra utilizando as lâminas de vidro com um cilindro, com temperatura de 23° C e 55% de umidade relativa do ar, e não à 37° C e 100% de umidade relativa do ar, como citado na literatura. Este fato suscita reflexões para que futuros estudos de cimentação e ensaios mecânicos "in vitro", deverão ser avaliados com maiores cuidados, pois foi observado pelo laser speckle que o cimento de fosfato de zinco e provavelmente outros materiais odontológicos, tenha um comportamento significativamente diverso em mensurações realizadas em meio ambiente e em ambiente com 37° C e 100% de umidade.

7.3 Como já foi discutido, o pH e a resistência à compressão mostraram que a estabilização da reação de presa do cimento ocorre muito depois dos 10 minutos, e foi confirmado pela metodologia utilizada nesta pesquisa, a técnica óptica do speckle dinâmico.

7.4 Os resultados alcançados são válidos, pois convergem e são compatíveis com os parâmetros utilizados por outros autores para estudar a reação de presa do cimento de fosfato de zinco, mostrando que o método é perfeitamente aplicável a esta e possivelmente, outras situações. Acredita-se que este trabalho contribuiu, confirmando a viabilidade do uso das técnicas e métodos para estudos fenômenos envolvendo speckle dinâmico.

7.5 Alguns trabalhos já foram realizados e outros estão sendo desenvolvidos, aplicando o speckle dinâmico, no estudo de resinas compostas e materiais de moldagem, como silicones de adição, fornecendo dados importantes para a manipulação e uso correto dos materiais odontológicos. Portanto, as técnicas desenvolvidas neste trabalho apresentam um bom potencial de aplicação na área odontológica.

REFERÊNCIAS¹

Alencar MJS. Avaliação in vitro da infiltração e resistência a remoção de coroas fundidas em dentes naturais por três agentes cimentantes [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 1998.

American Dental Association – ADA. Council on Scientific Affairs: products of excellence. J Am Dent Assoc 1998;129 Suppl:7-8

American Dental Association – ADA. Revised American National Standards Institute / Specification n° 8 for zinc phosphate cement. J Am Dent Assoc 1978;96(1):121-3.

American Dental Association – ADA. Specification n° 8 (dental zinc phosphate cement) and 11 (agar impression material). J Am Dent Assoc 1967;74(7):1565-9.

Alves CMC, Paiva Jr RD, Muramatsu M, Mori M, Matson E. Medição de rugosidade aplicada à odontologia. RPG Rev Pós Grad 2004;11(4):327-30.

Arizaga R. Estudio del proceso de secado de pinturas mediante speckle dinâmico. Cartagena de Índias: RIAO/OPTILAS; 1998.

Ash MM. The permanent mandibular molars. 7th ed. Philadelphia: WB Saunders, 1993. cap.12, p.274-307.

Attar N, Tam LE, McComb D. Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. J Prosthet Dent 2003;89(2):127-34.

Ayad MF, Rosenstiel SF. Assessment of retention and marginal seating of cemented cast crowns. J Dent Res 1996;75:50.

Ayad MF, Rosenstiel SF, Salama M. Influence of tooth surface roughness and type of cement on retention of complete cast crowns. J Prosthet Dent 1997;77(2):116-21.

¹ De acordo como o Estilo Vancouver. Abreviatura de periódicos segundo base de dados MEDLINE.

Ban S, Hasegawa J, Lacy AM. pH determinations on the surface of luting cements III. pH change and setting reaction of zinc phosphate cements. *Dent Mater* 1986;5(2):202-10.

Beckmann P, Spizzichino A. The scattering of electromagnetic waves from rough surfaces, part I. London: Pergamon Press; 1963.

Black SM, Charlton G. The retention of gold crowns on human dentin preparations – a caparison of eight cements. *Restorative Dent* 1989;5:39-41.

Blane K, Muramatsu M, Silva FC. Verificação da linearidade de resposta da câmera CCD. In: *Anais de Óptica. XXI Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada*. Caxambu: Sociedade Brasileira de Física; 1998. p.352-6

Borbely LA. Medida de rugosidade por correlação angular de speckle [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Instituto de Física da USP; 2005.

Bottino MA. Avaliação in vitro da adaptação cervical de coroas totais metálicas, variando os preparos dos terminos cervicais, aliviando ou não as superfícies internas das coroas e empregando diferentes cimentos definitivos [Livre-Docência em Materiais Dentários e Prótese Dental]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da UNESP; 1998.

Browning WD, Nelson SK, Cibirka R, Myers ML. Comparison of luting cements for minimally retentive crown preparations. *Quintessence Int* 2002;33(2):95-100.

Bryant RW, Wing G. The rate of development of strength in base forming materials for dental amalgam. *Aust Dent J* 1976;21(2):153-9.

Campos TN, Mori M, Henmi AT, Saito T. Infiltração marginal de agentes cimentantes em coroas metálicas fundidas. *Rev Odontol Univ São Paulo* 1999;13(4):357-62.

Charlton DG, Moore BK, Swartz ML. Direct surface pH determinations of setting cements. *Oper Dent* 1991;16:231-8.

Christensen GJ. Marginal fit of gold inlay castings. *J Prosthet Dent* 1966;16(2):297-305.

Civjan S, Brauer GM. Physical properties of cements, based on zinc oxide, hydrogenated resin, o-ethoxybenzoic acid, and eugenol. J Dent Res 1964;43(2):281-99.

Conz IG. Retenção, assentamento e fenda marginal de padrões metálicos sobre pilares de pequena altura cérvico-oclusal [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2003.

Craig RG, Powers JM. Materiais dentários restauradores. 11ª ed. São Paulo: Ed. Santos; 2004.

Craig RG, Ward ML. Restorative dental materials. 10th ed. St Louis: Mosby, 1997.

Crisp S, Jennings MA, Wilson AD. A study of temperature changes occurring in setting dental cements. J Oral Rehabil 1978;5:139-44.

Darveniza M, Basford KE, Meek J, Stevens L. The effect of surface roughness and surface area on the retention of crowns luted with zinc phosphate cement. Aust Dent J 1987;32(6):446-57.

Dennison JD, Powers J. A review of dental cements used for permanent retention of restorations. Part I: composition and manipulation. J Mich State Dent Assoc 1974;56(4):116-25.

Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. J Prosthet Dent 1999;81(2):135-41.

Dodge WW, Weed RM, Baez RJ, Buchanan RN. The effect of convergence angle on retention and resistance form. Quintessence Int 1985;16(3):191-4.

Duymus ZY. An investigation of pH changes of various cements. Quintessence Int 2004;35(9):753-7.

Eames WB, Monroe SD, Roan Jr JD, O'Neal SJ. Proportioning and mixing of cements: a comparison of working times. Oper Dent 1977;2(3):97-104.

Eames WB, O'Neal SJ, Monteiro J, Muller C, Roan Jr JD, Cohen KS. Techniques to improve the seating of castings. J Am Dent Assoc 1978;96(3):432-7.

Engelman MA, Blechner C. Nickel-chromium alloy: a technique to produce clinically acceptable castings. NYJ Dent 1978;48(2):41-8.

Felton DA, Kanoy BE, White JT. The effect of surface roughness of crown preparations on retention of cemented castings. J Prosthet Dent 1987;58(3):292-6.

Figún ME, Garino RR. Sistema dental: molares. 1ª ed. São Paulo: Medicina Panamericana; 1989. cap.7, p.305-15.

Fiori SR. Influência da textura da linha de terminação biselada em esmalte com instrumentos de corte rotatórios e não rotatórios no assentamento das coroas totais [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 1994.

Fujii H, Nohira K, Yamamoto Y, Ikawa H, Ohura T. Evaluation of blood flow by laser speckle image sensing, part I. App Opt 1987;26(24):5321-5.

Fusayama T, Ide K, Hosoda H. Relief of resistance of cement of full cast crowns. J Prosthet Dent 1964;14(1):95-106.

Goodman JW. Statistical properties of laser speckle patterns. In: Dainty JC, Laser speckle and related phenomena. Berlin: Springer-Verlag;1984. cap.2, p.9-75.

Groenhuis RAJ, Jongebloed WL, Bosh JJ. Surface roughness of acid-etched and demineralized bovine enamel measured by laser speckle method. Caries Res 1980;14:333-40.

Harvey W, Le Brocq LF, Rakowski L. The acidity of dental cements. Br Dent J 1944;77:61-89.

Heidel CP, Witschas C. Development and introduction of zinc phosphate-cement by Silvestre Augustin and Charles Sylvester Rostaing in 1858 in Dresden. Stomatol DDR 1988;38(9):632-40.

Hirata JM, Muench A. Estudo da retenção de coroas totais fundidas, em função da área preparada e do ângulo de inclinação das paredes, em dentes naturais. Rev Assoc Paul Cir Dent 1982;36(5):468-74.

Ishikiriyama A, Oliveira JF, Vieira DF, Mondelli J. Influence of some factors on the fit of cemented crowns. J Prosthet Dent 1981;45(4):400-4.

Jorgensen KD. Factors affecting the film thickness of zinc phosphate cements. *Acta Odontol Scand* 1960;18(4):479-90.

Jorgensen KD. The relationship between retention and convergence angle in cemented veneer crowns. *Acta Odontol Scand* 1955;13(1):35-40.

Jorgensen KD, Esbensen AL. The relationship between the film thickness of zinc phosphate cement and the retention of veneer crowns. *Acta Odontol Scand* 1968;26(3):169-75.

Jorgensen KD, Petersen GF. The grain size of zinc phosphate cements. *Acta Odontol Scand* 1963;21(1):255-70.

Kaufman EG, Coelho DH, Colin L. Factors influencing the retention of cemented gold castings. *J Prosthet Dent* 1961;11(3):487-502.

Kay GW, Jablonski DA, Dogon IL. Factors affecting the seating and fit of complete crowns: a computer simulation study. *J Prosthet Dent* 1986;55(1):13-8.

Léger D, Mathieu E, Perrin JC. Optical surface roughness determination using speckle correlation technique. *App Opt* 1975;14(4):872-77.

Mainman TH. Stimulated optical radiation in ruby. *Nature* 1960;187(4736):493-4.

Margerit J, Cluzel B, Leloup JM, Nurit J, Pauvert B, Terol A. Chemical characterization of in vivo aged zinc phosphate dental cements. *J Mater Sci Mater Met* 1996;7:623-8.

Mitchell, CA. Selection of materials for post cementation. *Dent Update* 2000;27(7):350-4.

Muramatsu M, Guedes GH, Gaggioli NG. Speckle correlation used to study the oxidation process in real time. *Opt Laser Tech* 1994;26(3):167-8.

Nevins M, Skurow HM. The intracervicular restorative margin, the biologic width, and the maintenance of the gingival margin. *Int J Period Restorative Dent* 1984;4(3):31-49.

Nordlander J, Weir D, Stoffer W, Ochi S. The taper of clinical preparations for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1988;60(2):148-151.

O'Connor RP, Nayyar A, Kovarik RE. Effect of internal microblasting on retention of cemented cast crowns. *J Prosthet Dent* 1990;64(5):557-62.

Öilo G. Linear dimensional change during setting of a zinc phosphate cement. *J Oral Rehabil* 1975;2(2):179-85.

Öilo G, Jorgensen KD. The influence of surface roughness on the retentive ability of two dental luting cements. *J Oral Rehab* 1978;5(4):377-89.

Paffenbarger GC, Sweeney WT, Isaacs A. A preliminary report of the zinc phosphate cements. *J Am Dent Assoc* 1933;20(11):1960-82.

Paffenbarger GC, Sweeney WT, Isaacs A. Zinc phosphate cements: physical properties and a specification. *J Am Dent Assoc* 1934;21(11):1907-24.

Pascoe DF. An evaluation of the marginal adaptation of extracoronary restorations during cementation. *J Prosthet Dent* 1983;49(5):657-62.

Pearson GJ, Atkinson AS. Effects of temperature change on the working and setting characteristics of water based dental cements. *Dent Mater* 1987;3:275-9.

Phillips RW. *Skinner's science of dental materials*. 9th ed. Philadelphia: W.B Sanders, 1991.

Phillips RW, Swartz ML, Lund MS, Moore BK, Vickery J. In vivo desintegration of luting cements. *J Am Dent Assoc* 1987;114(4):489-92.

Picosse M. *Estudo individual dos dentes permanentes molares*. 4^a ed. São Paulo: Savier; 1983. cap.2, p.26-60.

Piemjai M. Effect of seating force, margin design, and cement on marginal seal and retention of complete metal crowns. *Int J Prosthodont* 2001;14(5):412-6.

Rabelo GF. Avaliação do speckle dinâmico na caracterização da atividade biológica de laranjas (*Citrus sinensis*) [Tese de Doutorado]. São Paulo: Universidade Estadual de Campinas; 2000.

Rosenstiel SF, Fujimoto J, Land MF. Contemporary fixed prosthodontics. 3rd ed. St Louis: Mosby; 2001.

Sagara EI. Influência da textura superficial dos preparos na retenção e precisão de adaptação marginal das coroas totais metálicas fundidas [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2001.

Saito T. Princípios fundamentais mecânicos. São Paulo: Quintessence; 1990.

Sato T, Miyasaki M, Rikuta A. a real-time dimensional change in light-cured composites at various depths using laser speckle contrast analysis. *Eur J Oral Sci* 2004;112:538-44.

Servais GE, Cartz L. Structure of zinc phosphate dental cement. *J Dent Res* 1971;50(3):613-20.

Shillingburg Jr HT, Hobo S, Whitsett LD, Jacobi R, Brackett SE. Fundamentos de prótese fixa. 3^a ed. São Paulo: Quintessence; 1998.

Silva FC. Aplicação do speckle dinâmico para o estudo do processo de secagem de pinturas [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Instituto de Física da USP; 2000.

Smith BGN. The effect of the surface roughness of prepared dentin on the retention of castings. *J Prosthet Dent* 1970;23(2):187-98.

Smith DC. Dental cements. *Dent Clin North Am* 1971;15(1):3-31.

Smith DC, Dorin Ruse N. Acidity of glass-ionomer cements during setting and its relation to pulp sensitivity. *J Am Dent Assoc* 1986;112:654-7.

Takahashi CU. Análise comparativa da perda de retenção de retentores intra-radiculares fundidos em diferentes ligas, cimentados com cimento de fosfato de zinco e tratados com ultra-som [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2002.

Tjan AHL, Li T. Seating and retention of complete crowns with a new adhesive resin cement. J Prosthet Dent 1992;67:478-83.

Tjan AHL, Sarkissian R. Effect of preparation finish on retention and fit of complete crowns. J Prosthet Dent 1986;56:283-8.

Tjan AH, Sarkissian R, Miller GD. Effect of multiple axial grooves on the marginal adaptation of full cast-gold crowns. J Prosthet Dent 1981;46(4):399-403.

Vieira DF, Araujo PA. Crystallization of zinc phosphate cement. J Prosthet Dent 1965;15(5):924-8.

Wang CJ, Millstein PL, Nathanson D. Effects of cement, cement space, marginal design, seating aid materials, and seating force on crown cementation. J Prosthet Dent 1992;67(6):786-90.

Wilson RD, Maynard G. Intracervicular restorative dentistry. Int J Period Restor Dent 1981;1(4):35-49.

Yamamoto A, Shibayama B, Saito T. Retenção de coroas totais fundidas em função do diâmetro de preparos e do tempo de cimentação. Rev Paul Odontol 1988;10(1):18-26.

Zidan O, Fergusson GC. The retention of complete crowns prepared with three different tapers and luted with four different cements. J Prosthet Dent 2003;89(6):565-71.