ESTUDO COMPARATIVO DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DO CIMENTO ÓSSEO NACIONAL E DO IMPORTADO, PREPARADOS MANUALMENTE E A VÁCUO

Carmen Aparecida Malaguti de Barros

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Interunidade em Bioengenharia - Escola de Engenharia de São Carlos / Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto / Instituto de Química de São Carlos da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Bioengenharia.

ORIENTADOR: Prof. Dr. Celso H.F. Picado

**Ribeirão Preto
2001**

S277e Barros, Carmen Aparecida Malaguti de
 Estudo comparativo da resistência à compressão do
 cimento ósseo nacional e do importado, preparados
 manualmente e à vácuo / Carmen Aparecida Malaguti de
 Barros. -- São Carlos, 2001.

 Dissertação (Mestrado) -- Escola de Engenharia de
 São Carlos/Faculdade de Medicina de Ribeirão
 Preto/Instituto de Química de São Carlos-Universidade
 de São Paulo, 2001.
 Área Interunidades : Bioengenharia.
 Orientador: Prof. Dr. Celso H F Picado.

 1. Polimetilmetacrilato (PMMA). 2. Cimento ósseo
 3. Resistência à compressão do cimento. 4. Propriedades
 mecânicas do cimento ósseo. I. Título.

Autora: Carmen Aparecida Malaguti de Barros

Título: Estudo comparativo da resistência à compressão do cimento ósseo nacional e do importado, preparados manualmente e a vácuo

Dissertação defendida e aprovada em ____/____/____,
pela comissão julgadora:

(Assinatura) _____
(Nome/Instituição)

(Assinatura) _____
(Nome/Instituição)

(Assinatura) _____
(Nome/Instituição)

Coordenador de Área

Presidente da CPG

A todos aqueles que se beneficiaram ou necessitam de cirurgia de substituição articular, a qual pode minimizar a sua dor, melhorar a função do membro comprometido e possibilitar-lhes uma melhor qualidade de vida.

“Quando lutamos por aquilo em que de fato acreditamos, conseguimos desenvolver o talento capaz de modificar o nosso próprio destino...”

Agradeço a todos aqueles que direta e indiretamente contribuíram para a elaboração deste trabalho.

A Deus, força incondicional em todos os momentos da minha vida.

Ao meu orientador Prof. Dr. Celso H. F. Picado: *“O professor se liga à eternidade, ele nunca sabe onde cessa a sua influência”*. O meu eterno muito obrigado.

Aos meus familiares Cássio e Lucas, que me toleraram nesta jornada.

Ao Prof. Dr. Luiz Sérgio Marcelino Gomes, pelo incentivo à docência, à pesquisa e por todos os conhecimentos transmitidos.

Aos Professores Dr. Cláudio H. Barbieri e Dr. José Baptista Portugal Paulin, que tornaram possível minha participação no curso de Pós-graduação Interunidades Bioengenharia.

Ao Prof. Dr. Antônio Carlos Shimano, pela participação efetiva em todos os estágios do trabalho, orientações e conselhos em todas as etapas da pesquisa.

Ao Mestre Marcos Shimano, pela aplicação dos testes de análise estatística.

Ao engenheiro José Roberto Parpaioli, representante da Baumer Implantantes Ortopédicos, pela cordialidade, amizade e dedicação.

Aos amigos e companheiros de curso Dyjalma Antônio Bassoli e Elisabete Dias Flauzino Gaspar Gomes.

Aos funcionários das Secretarias da Bioengenharia de São Carlos e Ribeirão Preto e Departamento de Biomecânica, Medicina e Reabilitação do Aparelho Locomotor da Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto-USP, especialmente Janete, Terezinha, Fátima e Elisângela.

À Regina M. R. Pupin, pela amizade, paciência, traduções, digitação e formatação deste trabalho.

Aos diretores, docentes e funcionários da CEUCLAR, pela compreensão.

Agradeço também aqueles que foram importantes para a realização deste trabalho e que porventura tenha esquecido de citar.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	viii
LISTA DE QUADROS	ix
RESUMO	x
ABSTRACT	xi
1 INTRODUÇÃO	01
1.1 Objetivo	02
1.2 Revisão da literatura	02
1.2.1 Cimento ósseo acrílico	04
1.3 Métodos de mistura do cimento ósseo	10
1.4 Propriedades mecânicas do cimento ósseo	13
1.5 Revisão de conceitos gerais de ensaios mecânicos	14
1.5.1 Tensão aplicada.....	15
1.5.2 Módulo de Young e Curvas de esforço versus deformação	16
2 MATERIAIS E MÉTODOS	19
2.1 Preparação convencional	21
2.2 Preparação a vácuo	23
2.3 Confecção do conjunto de moldagem	25
2.4 Confecção dos corpos de prova.....	27
2.5 Exame macroscópico	29
2.6 Ensaios de compressão	30
2.6.1 Limite de proporcionalidade.....	33
2.7 Avaliação radiográfica da porosidade.....	34
2.8 Análise dos dados	34
3 RESULTADOS	36
3.1 Ensaios de compressão	36
3.1.1 Módulo de elasticidade.....	37
3.1.2 Tensão no limite de proporcionalidade	39
3.1.3 Deformação no limite de proporcionalidade	40
5 DISCUSSÃO	42

6	CONCLUSÃO	51
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	52
	ANEXO A	57
	ANEXO B	65
	ANEXO C	86
	ANEXO D	88
	ANEXO E	97
	ANEXO F	106
	ANEXO G	114
	ANEXO H	122
	ANEXO I	127
	ANEXO J	129
	ANEXO L	131

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1	Diagrama tensão versus deformação, segundo DANIELS, TOOMS & HARKESS <i>in</i> CANALE, 1998	18
FIGURA 2	Material utilizado na técnica de mistura manual (1) cuba de aço inoxidável. (2) colher	22
FIGURA 3	Componentes do conjunto de cimentação a vácuo.....	24
FIGURA 4	Técnica de preparação a vácuo.....	24
FIGURA 5	Croqui do molde para confecção de corpos de prova para o ensaio de resistência à compressão, segundo a norma ASTM F451-86. Dimensões em milímetro.....	26
FIGURA 6	Sistema de moldagem dos CPDs. (A ₁ e A ₂) Placas lisas inferior e superior respectivamente. (B) Placa perfurada. (C) Pino removedor	27
FIGURA 7	Exemplos de corpos de prova e sua identificação	29
FIGURA 8	Dispositivos utilizados nos ensaios de compressão, a célula de carga (A) e o relógio comparador (B) com paralelismo entre as superfícies de ensaio	31
FIGURA 9	Detalhe de um CPD ao ser ensaiado.....	31
FIGURA 10	Gráfico tensão $\times$ deformação, ilustrando a carga e a deformação no limite de proporcionalidade (ponto C), a reta que representa a inclinação da curva ($\text{tg } \alpha$) e o triângulo formado pela união dos pontos (OBC).....	32
FIGURA 11	Representação gráfica da curva tensão $\times$ deformação para os quatro grupos experimentais ensaiados	37
FIGURA 12	Medianas do módulo de elasticidade dos quatro grupos experimentais	38
FIGURA 13	Valores das medianas da tensão no limite de proporcionalidade dos quatro grupos experimentais de cimento ósseo	40
FIGURA 14	Gráfico representativo das medianas das porcentagens de deformação dos quatro grupos de cimento.....	41

LISTA DE QUADROS

QUADRO 1- Composição do cimento 1.....	20
QUADRO 2- Composição do cimento 2	21

BARROS, Carmen Aparecida Malaguti de. *Estudo comparativo da resistência à compressão do cimento ósseo nacional e do importado, preparados manualmente e a vácuo*. Ribeirão Preto, 2001. 67 p. Dissertação (Mestrado em Bioengenharia) – Escola de Engenharia de São Carlos, Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto, Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo.

RESUMO

O cimento ósseo, utilizado para a fixação de componentes protéticos nas cirurgias de substituição articular, mais resistente às forças de compressão do que às forças de tração, tem suas propriedades mecânicas alteradas por vários fatores entre esses a formulação comercial e o método de preparação empregado. É o objetivo deste trabalho avaliar comparativamente as propriedades mecânicas à compressão de duas formulações comerciais de cimento ósseo preparadas manualmente e a vácuo, segundo as instruções do fabricante. Um conjunto de moldagem confeccionado em aço inoxidável permitiu preparar 48 corpos de prova para cada grupo experimental, totalizando 192 corpos de prova, que foram testados na Máquina Universal de Ensaio, tendo as especificações baseadas nas normas ISO 5833 e ASTM F451-86. A elaboração do diagrama tensão x deformação de cada grupo experimental analisou as propriedades mecânicas do cimento ósseo quanto ao módulo de elasticidade, tensão e deformação no limite de proporcionalidade, entre grupos de mesma formulação comercial e entre os grupos com mesmo método de mistura. Analisados estatisticamente pelo método de Variância de Kruskal-Wallis ($p \leq 0,001$) e pelo método de Dunn's ($p \leq 0,05$). Quanto ao módulo de elasticidade, o grupo 2M foi o que apresentou maior módulo, 1563 MPa, valor estatisticamente significativo ($p \leq 0,05$) em relação aos grupos 1M, 1V e 2V. Para a tensão no limite de proporcionalidade os grupos 1M (39,40 MPa) e 2V (39,65 MPa) foram os maiores valores de tensão no limite de proporcionalidade, não havendo diferença estatisticamente significativa entre eles, mas essas diferenças foram significativas quando comparadas aos grupos 1V e 2M. A deformação no limite de proporcionalidade de maior valor percentual foi para o grupo 1M, 3,36%, sendo esta diferença estatisticamente significativa quando comparado ao grupo 2M. Os testes de resistência à compressão do cimento nacionalizado e importado, preparados manualmente e a vácuo, mostraram não haver diferença importante entre os dois tipos de cimento ósseo, nem entre as duas formas de mistura-los.

Palavras-chave: polimetilmetacrilato (PMMA); cimento ósseo; resistência à compressão do cimento; propriedades mecânicas do cimento ósseo.

BARROS, Carmen Aparecida Malaguti de. *A comparable study of the compression resistance of the national and international bone cement prepared manually and by vacuum*. Ribeirão Preto, 2001. 67 p. Dissertação (Mestrado em Bioengenharia) – Escola de Engenharia de São Carlos, Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto, Instituto de Química de São Carlos – Universidade de São Paulo.

ABSTRACT

The bone cement used for the fixation of the prosthetic components in the surgeries of joint replacement, more resistant to the compression than to the traction, has its mechanical properties altered by several factors among those the commercial formulation and preparation employee's method. It is the objective of this work to evaluate the mechanical properties to the compression of the two commercial formulas of bone cement manually prepared and using vacuum, according to the manufacturer's instructions. A molding set was made in stainless steel and it allowed for the preparation of 48 bodies of proof for each experimental group, adding up to 192 proof bodies total which were tested in the Universal Rehearsal Machine, with the specifications based on the ISO 5833 and the ASTM F451-86 regulations. The elaboration of the diagram "tension vs. deformation" of each of the experimental group analyzed the mechanical properties of the bone cement in relation to the elasticity module, tension and deformation on the proportional limit among the groups with the same commercial formula and among the groups with the same mixture method. Analyzed statistically, by Kruskal-Wallis's method of the variation ($p \leq 0.001$) and by the Dunn's method ($p \leq 0.05$). Regarding the elasticity, the group 2M was the one with the highest module, 1563 MPa, a statistically significant value ($p \leq 0.05$) in relation to the groups 1M, 1V and 2V to the tension at the limit of the proportionality, there is no significant differences among them, but these differences were relevant when compared to groups 1V and 2M. The deformation at the limit of the proportionality of the highest percentage was to group 1M, 3.36%, being this the relevant statistical difference when compared to group 2M. The resistance tests to the compression of the national and international cement prepared manually and by vacuum show that there is no important difference between the two kind of bone cement, and neither between the two ways of mixing them.

Key-words: polymethylmethacrylate (PMMA); bone cement; resistance to cement compression; mechanical proprieties of bone cement.

1 INTRODUÇÃO

O cimento ósseo acrílico utilizado nas cirurgias de substituição articular não funciona como um adesivo, mas um espaçador entre a prótese e o osso, assegurando melhor distribuição de esforços, permitindo uma fixação estável do implante inicialmente e a longo prazo (NORMAN *et al.*, 1995). O afrouxamento asséptico é uma das complicações mais frequentes das próteses cimentadas, e vários questionamentos sobre a resistência do cimento ósseo ou fatores a ele relacionados têm sido estudados (JAMES *et al.*, 1992; WANG *et al.*, 1996; COMBS *et al.*, 1979; DAVIES *et al.*, 1988; ROSTOKER *et al.*, 1979; GOODMAN *et al.*, 1988; MULROY & HARRIS, 1990; MOLINO & TOPOLESKI, 1996; DAVIES *et al.*, 1987).

Entre estes questionamentos, discutem-se os métodos de mistura do cimento ósseo que procuram diminuir a porosidade, aumentando assim sua resistência mecânica (LEE, LING & WRIGHTON, 1973; RIMNAC *et al.*, 1986; KRAUSE & MATHIS, 1988; JAMES *et al.*, 1992; MAJKOWSKI *et al.*, 1993; GEIGER *et al.*, 2001).

Para os ortopedistas brasileiros, além de todos esses questionamentos em relação ao uso do cimento ósseo acrílico, discute-se também a maior ou menor adequação e a utilização do cimento embalado no Brasil em relação ao cimento ósseo proveniente de outros países. Sabe-se por intermédio de fontes não oficiais que muitos dos componentes do cimento ósseo são exportados, pelo Brasil a outros países, como, por exemplo, a Alemanha. Lá são manufaturados e posteriormente alguns dos seus componentes são importados por empresas brasileiras, que embalam e comercializam como cimento ósseo nacional. Os custos do cimento ósseo nacional ao consumidor são bem inferiores quando comparados aos custos dos cimentos importados, em valores percentuais estas cifras chegam a quase 25%.

1.1 Objetivo

O objetivo deste trabalho foi o de comparar a resistência mecânica à compressão do cimento acrílico embalado no Brasil com a do cimento acrílico importado, ambos misturados tanto na forma manual tradicional como também sob vácuo.

1.2 Revisão da literatura

O polimetilmetacrilato, conhecido como cimento ósseo acrílico, foi patenteado na Alemanha em 1928, sendo produzido e comercializado por vários fabricantes com o nome Plexigás[®], Perspex[®] e Lucite[®], entre outros. Inicialmente utilizado como biomaterial para formatar dentes artificiais e dentaduras, tornou-se conhecido na ortodontia como Paladon[®], ou como Polapont[®] (UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, 1996)

Os cimentos ósseos aplicam-se em ortopedia em três funções principais: como massa para modelamento, sujeitos a tensões baixas; no preenchimento de cavidades ósseas, que, dependendo da localização, tais como articulações, ficam sujeitos a cargas elevadas; na fixação de próteses, em que o cimento forma uma interface entre a prótese e o osso e atua como homogeneizador e amortecedor de altas tensões, principalmente de compressão para fixação nas substituições articulares (UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, 1996; HAAS *et al.*, 1975).

Sir John Charnley, em 1958, tornou-o popular entre os cirurgiões ortopédicos (CHARNLEY, 1960; DANIELS, TOOMS & HARKESS *in* CANALE, 1998), utilizando-o inicialmente para fixar implantes nas substituições articulares do quadril, conhecida como a era moderna das artroplastias, sendo a cirurgia de substituição articular do quadril constituída de um componente femoral de aço inoxidável, onde era encaixada a cabeça femoral que se articulava com o componente acetabular de polietileno, de alta densidade, fixados ao osso pelo cimento de polimetilmetacrilato (PMMA). (KRAUSE, GRIMES & MATHIS, 1988; LEWIS, 1999., BARB *et al.*, 1982; SAHA & PAL, 1984; JOHNSON *et al.*, 1989; BISHOP, FERGUSON & TEPIC, 1996; WIXSON *et al.*, 1987; DEB, VASQUEZ & BONFIELD, 1997).

O uso do cimento ósseo acrílico para a fixação dos componentes protéticos nas artroplastias revolucionou o tratamento do estágio final das doenças articulares, graças aos excelentes resultados obtidos, comparados a outras técnicas utilizadas na época, tornando-se a técnica cirúrgica padrão das artroplastias (KRAUSE & MATHIS, 1988).

1.2.1 Cimento ósseo acrílico

Existem dezenas de marcas comerciais de cimento ósseo. Elas podem ser divididas em duas categorias. O convencional ou pastoso um tipo de cimento que existe desde 1950 para uso ortopédico. O outro tipo é o de baixa viscosidade, desenvolvido na década de 80, para ser utilizado com pistola injetora, facilitando o completo preenchimento do canal medular.

Geralmente, os cimentos ósseos são comercializados em pacotes de 40 g de polimetilmetacrilato em pó e 20 ml de monometilmetacrilato líquido. A sua obtenção ocorre a partir da polimerização por adição de radicais livres em suspensão ou massa, do monômero metacrilato de metila e do polímero em pó a partir das cadeias moleculares apresentadas a seguir: monômero = $n \text{ (HC = C (CH) (COOCH))}$; polímero = $(\sim\text{HC} - \text{C (CH) COOCH})\sim n$. O cimento em pó consiste basicamente de ligações poliméricas, com partículas de tamanho que varia de 30 a 150 μ de diâmetro, composto pelas substâncias e representação química enumeradas abaixo:

Poli(metilmetacrilato)

Peróxido de benzoíla(BPO)

Poli(metilmetacrilato-estireno) sendo o estireno um componente minoritário deste copolímero.

Dois aditivos radiopacos são acrescentados o Sulfato de bário ou o Óxido de zircônio (zircônia)-ZrO

Na composição do monômero líquido encontram-se as substâncias listadas abaixo e a sua fórmula química:

Metacrilato de metila

Álcool Etílico

Ácido Ascórbico

Hidroquinona

O agente ativador da polimerização N,N dimetil-p-toluidino é encontrado na proporção de 2% da massa. Há também composições nas quais se acrescentam antibióticos como a gentamicina ou a vancomicina, para a prevenção ou tratamento de infecções (ASKEW *et al.*, 1990; CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY , 1996).

N,N dimetil-p-toluidino

Durante o preparo, o cimento ósseo acrílico passa por três estágios distintos, variando suas propriedades físicas e químicas, permitindo assim manuseá-lo ou não, dependendo da fase de polimerização em que se encontra.

A mistura do monômero e do polímero pode ser feita manualmente com espátula, através do misturador a vácuo, sob centrifugação, agitação ultra-sônica ou combinando-se os sistemas. Ao se misturarem o pó e o líquido, o ativador e o iniciador reagem entre si, formando radicais livres que iniciam a polimerização em massa (CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY , 1996). A partir da mistura dos componentes chamada de tempo zero (t_0), o cimento apresenta-se sob uma forma viscosa denominada pré-massa, no intervalo de tempo entre t_0 e t_1 , há um aumento de sua viscosidade com o decorrer da polimerização.

Quando a mistura adquire consistência suficiente para ser manuseada, não grudando mais às luvas do cirurgião, considera-se que atingiu o tempo de formação de massa (t_1), permitindo assim o seu manuseamento. Entre t_1 e t_2 , a mistura é denominada de massa, há um aumento da temperatura da mistura, sendo a reação de polimerização exotérmica, ocorre então uma rápida elevação do grau de conversão e do peso molecular do polímero, resultado da reação e do processo de auto-aceleração das polimerizações em massa. A temperatura alcança valores entre 67 °C e 124 °C, com um valor médio próximo a 90 °C.

O cimento convencional permanece no estado de pré-massa por 1 a 2 minutos antes de entrar na fase de massa, que varia de 3 a 7 minutos, até seu endurecimento total, entre 8 e 14 minutos, dependendo da marca comercial do cimento e das condições ambientais. Os cimentos de baixa viscosidade mantêm-se no estado de massa por 5 minutos e endurecem entre 6 e 8 minutos. Contudo, os

cimentos do tipo convencional e os de baixa viscosidade são afetados pela temperatura, pela umidade relativa do ar e pelas condições de armazenamento de forma similar. Ambientes quentes e úmidos diminuem a fase de massa, antecipando o endurecimento do cimento ósseo em até 5 minutos. O aumento da temperatura em 1 °C pode acelerar o endurecimento do cimento em 1 minuto. O armazenamento do cimento em um ambiente úmido por período prolongado sofre efeitos similares (CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY , 1996).

Com a utilização das artroplastias em pacientes jovens e ativos, houve a necessidade de serem desenvolvidos novos materiais para a confecção dos implantes, com novos desenhos e técnicas cirúrgicas apropriadas.

O conceito de artroplastia de baixo atrito, associado à cimentação por meio de polimetilmetacrilato (PMMA), marcou o início da era moderna das artroplastias, descritas como técnicas de cimentação de primeira geração. A técnica preconizada por Charnley, em 1958, chamada de técnica de cimentação de primeira geração envolvia a mistura em ambiente cirúrgico, com introdução manual do cimento em estado pastoso no canal femoral e no acetábulo. Os resultados iniciais foram estimulantes, mas com o passar do tempo, começaram a apresentar altos índices de complicações, como afrouxamento acetabular e femoral. Estas complicações aumentavam em grandes proporções, em pacientes jovens e nas cirurgias de revisão (MULROY & HARRIS, 1990; MULROY, ESTOK & HARRIS, 1995).

Clinicamente, o afrouxamento causa reabsorção óssea, fratura óssea, separação da interface cimento-osso e/ou cimento-prótese e fratura do manto de cimento ósseo. (BURKE, GATES & HARRIS, 1984; LEWIS, 1997; CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY , 1996; LEWIS, NYMAN & TRIEU, 1998).

O aperfeiçoamento das técnicas de cimentação, iniciado em 1972, chamadas de técnicas de cimentação de segunda geração, passa a utilizar cimentos de baixa viscosidade, introduzidos com a pistola de injeção retrógrada e a utilização dos tampões de canal medular no lado femoral, enquanto outros instrumentos pressionam o cimento no lado acetabular. As técnicas de cimentação de segunda geração procuram produzir ao redor do implante uma manta uniforme e completa de cimento, sem falhas, que é pressionado de modo a interdigitar-se com o osso (SCHURMAN *et al.*, 1989; MULROY & HARRIS, 1990; MULROY, ESTOK & HARRIS, 1995).

Segundo LEWIS & NYMAN (2000), o afrouxamento é iniciado pela fragmentação do cimento que leva à osteólise. Predispõe a fragmentação à presença de cantos vivos nas próteses, camada de cimento fina ou incompleta e a presença de porosidade no cimento ósseo.

A eliminação do cimento ósseo e a utilização das próteses não cimentadas, na década de 1980, foram marcadas pela discussão entre próteses cimentadas e não cimentadas; no que diz respeito à osteólise, os componentes não cimentados demonstraram reabsorção óssea mais precoce, mais freqüente, mais intensa e progressiva em relação à prótese cimentada. Cai, portanto, a teoria que tenta provar que, eliminando-se o cimento ósseo, elimina-se a osteólise, chamada também, inicialmente, de doença da prótese não cimentada.

Ao mesmo tempo em que se desenvolviam as próteses não cimentadas, procuravam-se também corrigir as possíveis causas do afrouxamento das próteses cimentadas, através da preparação mais adequada do estojo ósseo a ser cimentado, da aplicação de técnicas que diminuíssem o sangramento do canal femoral no momento da cimentação, da lavagem adequada do canal femoral para evitar que a gordura e

restos de tecidos fossem misturados ao cimento ósseo e também impedir a formação de bolhas durante o processo de mistura e aplicação do cimento ósseo. Uma outra causa freqüentemente relatada de afrouxamento é a necrose óssea (COMBS & GRENWALD, 1979; BARB *et al.*, 1982. CHIN, STAUFFER & CHAD, 1990).

Diferentes técnicas foram pesquisadas na tentativa de melhorar a qualidade da cimentação, desenvolveram-se equipamentos sofisticados, e dentre estas técnicas denominadas de terceira geração, destacamos a mistura a vácuo do cimento ósseo (WIXSON, LAUTENSCHLAGER & NOVAK, 1985) e a centrifugação (BURKE, GATES & HARRIS, 1984). O afrouxamento asséptico dos componentes é a causa mais freqüente de complicações a longo prazo das artroplastias cimentadas (SCHURMAN *et al.*, 1989; MULROY & HARRIS, 1990).

A durabilidade das cirurgias de substituição articular, principalmente nas articulações de suporte de carga, depende da combinação de vários fatores, os quais incluem: o peso e a atividade do paciente, o modo como os componentes são apoiados pelo cimento ósseo ou osso, o desenho, o tipo e a posição anatômica dos componentes e o tipo de metal utilizado (HARKESS *in* CANALE, 1998).

1.3 Métodos de mistura do cimento ósseo

Os métodos de mistura do cimento ósseo são classificados por LEWIS (1997) em: mistura manual, mistura a vácuo, centrifugação, agitação ultra-sônica e a combinação mecânica de misturas.

No método de mistura manual, o componente em pó é adicionado ao componente líquido (este componente pode ou não estar resfriado a uma temperatura usualmente entre 15 °C e 6 °C) em uma tigela polimérica (usualmente polipropileno) ou em uma cuba metálica. Os componentes são misturados com uma espátula de polipropileno a uma velocidade de 1 ou 2 Hz pelo tempo de 45 a 120 segundos. A mistura do cimento ósseo manualmente, nas condições atmosféricas, permite a entrada de ar nas cadeias de polímeros, e a sua viscosidade natural permite que apenas as grandes bolhas migrem para a superfície, deixando um número considerável de bolhas menores que 1 cm (CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY , 1996).

Na centrifugação, os componentes do cimento ósseo previamente adicionados um ao outro manualmente são imediatamente colocados em uma seringa, levados a uma centrífuga a 2300-4000 rpm, pelo tempo de 30 a 180 segundos.

Na mistura a vácuo, o componente em pó normalmente é adicionado ao componente líquido, o vácuo é aplicado em pressões que variam de 5 para 100 kPa, movimentado a uma velocidade de 1 ou 2 Hz, por um espaço de tempo que varia entre 15 e 150 segundos (CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY , 1996).

CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY (1996), WANG *et al.* (1996), WIXSON, LAUTENSCHLAGER & NOVAK (1987), KURDY, HODGKINSON & HAYNES (1996) e GEIGER *et al.* (2001) estabeleceram que a mistura a vácuo, utilizando-se uma pressão atmosférica entre 400 a 730 mmHg, reduz significativamente a porosidade de 5% a 10% para menos de 1%. Essa redução da porosidade é resultado da eliminação das macro e microporosidades, sendo efetiva para todos os tipos de cimento ósseo. O nível de vácuo recomendado é de 500-550

mmHg sobre a pressão atmosférica.

SCHEURS *et al.* (1988), ao avaliarem quatro técnicas de preparação: mistura manual, pressurização com pistola pneumática, centrifugação e mistura a vácuo, em três cimentos de viscosidade diferentes, encontraram uma redução da porosidade de 60-80% quando comparados a mistura manual.

A agitação ultra-sônica um outro método de mistura no qual o componente em pó é adicionado ao líquido em uma cuba de aço inoxidável e posteriormente é colocado em um prato vibratório (50 vibrações/segundo), enquanto é misturado com uma espátula de propileno (CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY , 1996). Outros aparelhos também podem ser usados para misturar o cimento, como exemplo citamos um motor acoplado a uma unidade excêntrica que faz movimento em duas direções, ou então uma máquina que mistura e centrifuga simultaneamente (LEWIS, 1997).

Todos esses sistemas ou métodos foram desenvolvidos, portanto, para minimizar a porosidade do cimento ósseo que é ocasionada pela inclusão de ar nos espaços entre as cadeias de polímero, envolvendo uma série de mecanismos, que podem ou não estar associados:

- 1) entrada de ar durante o método de mistura e sua transferência;
- 2) presença de ar nos espaços entre as cadeias de polímero;
- 3) geração de bolhas, que é resultado da evaporação ou ebulição do monômero;
- 4) expansão térmica de bolhas;
- 5) presença de cavitação das bolhas (WIXSON, LAUTENSCHLAGER & NOVAK, 1987; CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY, 1996).

A porosidade pode ser mensurada como um percentual de volume ou como

um percentual de área de seção transversal ocupada pelas bolhas.

Esses espaços ocupados por ar são classificados em duas categorias, de acordo com o seu tamanho em diâmetro, as microporosidades, com diâmetros que variam entre (0,1 e 1 mm) e as macroporosidades com diâmetros superiores a 1mm.

Os valores de porosidade do cimento ósseo misturados manualmente, relatados pela literatura, variam entre 5% e 16% (CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY, 1996) e 9 a 27% segundo DANIELS, TOOMS & HARKESS in CANALE (1998).

1.4 Propriedades mecânicas do cimento ósseo

As artroplastias do quadril são submetidas às forças de tração em vários locais, sendo a face lateral do implante um exemplo clássico, em razão da sua própria angulação. Os valores da força de tensão máxima, módulo de elasticidade (E) e a tensão no limite de proporcionalidade ($e_{\max}$) são obtidos da curva de tensão *versus* deformação, que cresce linearmente, sendo o cimento ósseo classificado como um material frágil (LEWIS, 1997).

A postura de pé bipodal ou monopodal submete o aparelho locomotor a forças compressivas diretas, que podem ser estáticas ou quase estáticas. Nas substituições articulares o manto de cimento que se interpõe entre o osso e a haste femoral passa a ser uma cunha compressiva, agindo como um amortecedor e absorvedor de choque entre o implante e o osso. Portanto, as propriedades

compressivas quase estáticas são relevantes para o cimento ósseo (LEWIS, 1997).

A determinação *in vitro* destas propriedades é feita de acordo com as especificações das normas ASTM F451 (Anexo A) e a ISO 5833 (Anexo B). Os valores da força de tensão máxima e o módulo de elasticidade são estimados das curvas de tensão *versus* deformação, usando-se a regra de 2% de compensação e a inclinação da seção reta inicial da curva, respectivamente. O limite de proporcionalidade que corresponde ao ponto C da curva tensão $\times$ deformação é dado pelos valores da tensão/deformação neste ponto (LEWIS, 1997).

Os valores da força de tensão máxima, módulo de elasticidade e tensão no limite de proporcionalidade variam, de acordo com as várias formulações de cimento ósseo, segundo duas tendências. A primeira, que para um dado método de mistura a formulação exerce uma influência profunda sobre alguns parâmetros, como: as quantidades de estabilizadores, iniciadores e radiopacificadores; a presença ou ausência de co-polímero; o tamanho e a distribuição do pó; a proporção entre monômero e o polímero; e a taxa de mudança de viscosidade com o tempo. A segunda tendência é que o método de mistura é importante possivelmente por seu efeito sobre micro e macroporosidades (LEWIS, 1997).

CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY , em 1996, apresentam valores médios de algumas propriedades mecânicas do polimetilmetacrilato: tensão de tração igual a 32 MPa, tensão de compressão igual a 100 Mpa e módulo de elasticidade igual a 2700 Mpa.

1.5 Revisão de conceitos gerais de ensaios mecânicos

As propriedades mecânicas definem o comportamento de um material quando sujeito a esforços de natureza mecânica e correspondem às propriedades que, num material especificado, determinam a sua capacidade de transmitir e resistir aos esforços que lhes são aplicados sem romper ou sem que produzam deformação.

Os ensaios mecânicos de materiais envolvem a aplicação de forças conhecidas e a medida da deformação produzida. As forças podem ser divididas basicamente em relação ao sentido de aplicação: tração, torção e flexão, compressão, cisalhamento.

1.5.1 Tensão aplicada

Quando um corpo é submetido a uma força, ele está exposto a uma deformação pela ação dessa mesma força, força essa chamada de tensão. A magnitude da força, sua duração e a direção é que determinam a extensão da deformação.

Tensão pode ser definida, portanto, como a razão entre a força atuante em um determinado sistema e a área de seção transversal do corpo submetido à atuação daquela força. Essa relação é expressa da seguinte forma:

$$\tau = \frac{F}{A}$$

A

onde: τ = tensão (kgf/cm^2 ou N/cm^2)

F = força (kgf ou N)

A = área (m^2 , cm^2 ou mm^2).

Algumas características próprias dos materiais são importantes para determinar o aparecimento de deformações, como, por exemplo, a capacidade de absorção de energia e o módulo de elasticidade (módulo de Young).

1.5.2 Módulo de Young e Curvas de esforço versus deformação

A lei de Hooke, que mostra a relação de linearidade entre força e deformação de um objeto sólido, é válida somente na fase elástica dos materiais quando submetidos ao carregamento, que é dado por:

$$\tau = E \cdot \epsilon,$$

em que: τ = tensão aplicada;

E = módulo de elasticidade, também conhecido como módulo de Young;

ϵ = deformação exercida no material.

A primeira porção da curva é linear e a deformação aumenta

proporcionalmente ao esforço, até que o ponto de cessão ou limite de proporcionalidade seja alcançado e denote o final da fase elástica. Se em qualquer ponto da curva antes deste ponto a carga é removida, a substância retorna à sua forma de repouso. A inclinação desta curva gera um ângulo que é a medida da rigidez do material. Quanto maior a tangente do ângulo, maior a rigidez do material; a tangente do ângulo é denominada de módulo de elasticidade ou módulo de Young.

O trecho da curva do ponto que une o limite de proporcionalidade ao ponto de ruptura mostra que a deformação aumenta mais rapidamente com o aumento da força aplicada. Esta é a região plástica da curva onde uma deformação permanente é produzida no material. Os materiais conhecidos como dúcteis podem ou não absorver muita energia na fase elástica, porém, rompem-se logo que entram na fase plástica, como exemplo citamos o vidro. Já os materiais frágeis absorvem energia na fase elástica, porém, rompem-se logo que entram na fase plástica denominada de deformação plástica, tendo como exemplo o cimento ósseo acrílico. Esses dados são ilustrados pela Figura 1.

Com a continuidade de aplicação de carga, um esforço máximo será alcançado, chamado de resistência final à tração (RFT) ou quebra do material, representando o esforço ou estresse máximo que o material é capaz de absorver (Figura 1).

Com a análise da força e das deformações ocorridas no material durante o ensaio mecânico e o conhecimento da geometria do material, pode-se construir a curva tensão $\times$ deformação que fornece as principais características do material a ser analisado.

FIGURA 1 – Diagrama tensão versus deformação, segundo DANIELS, TOOMS & HARKESS *in* CANALE, 1998.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Para a preparação dos corpos de prova (CPDs) experimentais foram utilizadas duas marcas comerciais de cimento ósseo, uma nacional¹ e outra importada², sendo ambas do tipo pastoso e preparadas de acordo com as normas ASTM F451/86 (Anexo A) e ISO 5833 (Anexo B), que serão detalhadas durante as fases do experimento.

Os cimentos de ambas as marcas, assim como o conjunto de cimentação a vácuo (Howmédica, Ireland), foram doados ao Departamento de Biomêcanica, Medicina e Reabilitação do Aparelho Locomotor da Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto-USP pelas empresas que embalam, comercializam e revendem estes produtos no país, respectivamente Baumer Implantes Ortopédicos, Mogi Mirim e MCI Implantes, Campinas.

Um grupo experimental piloto foi preparado para adaptar todas as condições exigidas pelas normas: condições ambientais, instrumentação e técnica adequadas aos dois tipos de mistura, tempo de mistura e de transferência do cimento ósseo para o conjunto de moldagem, remoção dos CPDs do conjunto de moldagem,

¹ Baumer Osteo-Class (Baumer S/A).

² Simplex P (Howmédica, Ireland).

armazenamento e padronização dos testes de compressão dos CPDs no Departamento de Biomêcnica, Medicina e Reabilitação do Aparelho Locomotor da Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto-USP.

Quatro grupos experimentais de corpos de prova foram preparados:

- Grupo 1M: cimento nacional, preparado manualmente;
- Grupo 1V: cimento nacional, preparado a vácuo;
- Grupo 2M: cimento importado, preparado manualmente;
- Grupo 2V: cimento importado, preparado a vácuo.

As composições dos cimentos ósseos dos grupos 1 e 2 são apresentadas nos Quadros 1 e 2.

QUADRO 1. Composição do Cimento 1.

Uma ampola contendo 18,37 g (20 ml) de monômero líquido é constituída de:	
- Monometilmetacrilato	- 17,87 g (97,278%)
- N,N-dimetil-paratoluidino	- 0,50 g (2,722%)
- Hidroquinona	- 0,0004 g (0,002%)
O componente líquido é esterilizado por ultrafiltração.	
O outro componente, um envelope contendo 40g de polímero, consiste de:	
- Polimetilmetacrilato	- 38,50 g (91,25%)
- Peróxido residual	- 0,5 g (1,25%)
- Zircônia	- 3,0 g (7,50%)
O componente em pó é esterilizado por óxido de etileno.	

QUADRO 2. Composição do Cimento 2.

Uma ampola contendo 20 ml do monômero líquido é constituída de:	
- Metacrilato de metila (monômero)	- 19,5 ml
- N,N-dimentil-paratoluidino	- 0,5 ml
- Hidroquinona	- 1,5 mg
O componente líquido é esterilizado por filtração através de membrana.	
O outro componente, um envelope de 40 g de polímero, consiste de:	
- Copolímero de metacrilato de metila-estireno	- 30,0 g
- Polimetacrilato de metila	- 6,0 g
- Sulfato bórico	- 4,0 g
O componente em pó é esterilizado por raios gama.	

As condições ambientais para a realização do experimento, normatizadas pelas ASTM F 451-86 e ISO 5833, estabelecem um padrão de ambientação que consiste na manutenção da temperatura a 21 ± 2 °C e umidade relativa do ar de 80 ± 10 %. Estas condições ambientais foram mantidas por 24 horas antes do preparo; durante a sua preparação, 24 ± 2 horas após o preparo e durante a execução dos testes de compressão. Para monitorar estas duas condições foi utilizado um termo-higrômetro digital (Thermo-Hygro[®]).

2.1 Preparação convencional

As preparações dos dois grupos de cimento ósseo convencional foram realizadas em uma sala do Departamento de Biomecânica, Medicina e Reabilitação do Aparelho Locomotor da Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto-USP, com a temperatura e a umidade relativa controladas. As condições ambientais utilizadas simulam o ambiente de um centro cirúrgico.

A mistura manual foi realizada de acordo com as prescrições do manual de instruções das marcas comerciais de cimento ósseo utilizadas pelo experimento.

Para a preparação convencional dos cimentos ósseos foram utilizadas uma cuba de aço inoxidável e uma colher de cozinha estéreis (Figura 2).

Os pacotes de cimento dos grupos 1 e 2 foram abertos, e o componente em pó (polímero) depositado na cuba. Em seguida, o componente líquido (monômero) foi despejado sobre o pó, misturado com o cabo da colher de cozinha, com movimentação leve, até formar uma massa homogênea, que não se prendesse mais às luvas do manipulador. Cerca de 1,5 minutos após o início da mistura, iniciou-se a verificação do tempo de formação de massa: a cada 15 segundos o dedo indicador, recoberto por luva cirúrgica sem pó ou talco, era imerso na mistura, até que não houvesse aderência entre a luva e o cimento ósseo, cerca de 3 minutos após o início da mistura.

FIGURA 2. Material utilizado na técnica de mistura manual. (1) cuba de aço inoxidável. (2) colher.

2.2 Preparação a vácuo

Para a preparação a vácuo foi necessário um treinamento preliminar, fornecido pela empresa que comercializa o conjunto desta preparação, obedecendo-se rigorosamente às instruções do fabricante. A mistura a vácuo dos grupos 1 e 2 se fez nas mesmas condições ambientais já descritas anteriormente para a mistura manual, sendo necessária uma sala onde houvesse uma saída de vácuo. A pressão atmosférica máxima alcançada foi de 300-350 mmHg, condição freqüente na maioria das salas cirúrgicas dos hospitais brasileiros.

O conjunto de cimentação era descartável (Figura 3), composto por um copo plástico (A) em que foi colocado o componente líquido e sobre ele o componente em pó. Uma espátula confeccionada em metal com um cabo plástico (B) foi utilizada para promover a homogeneização adequada dos componentes do cimento ósseo; sendo o tempo gasto neste processo o suficiente para permitir a homogeneização do polímero e do monômero. A seguir, o copo, contendo a mistura homogeneizada, foi encaixado em uma base de plástico (C), que apresentava inferiormente uma saída para a mangueira de vácuo previamente ajustada à saída de vácuo da parede da sala cirúrgica; a tampa superior da base foi acoplada ao sistema (D) e, depois de checada a conexão das saídas, o cimento ósseo foi movimentado por duas hastes finas e fixas confeccionadas em metal (E), acopladas à tampa superior e movimentadas por meio de uma manivela confeccionada em plástico (F), que permitia a movimentação a uma velocidade de um ciclo por segundo, ou seja, 60 ciclos por minuto, durante um 1 min e 30 s, conforme as instruções do fabricante.

Contados 1 min e 30 s, removiam-se a mangueira da base do misturador, a tampa superior, o copo, e o cimento ósseo, ainda pastoso, era transferido para o conjunto de moldagem.

A Figura 4 ilustra o conjunto de cimentação utilizado por este trabalho, já acoplado para permitir a mistura a vácuo dos cimentos ósseos dos grupos 1 e 2.

FIGURA 3. Componente do conjunto de cimentação a vácuo.

FIGURA 4. Técnica de preparação a vácuo.

2.3 Confeção do conjunto de moldagem

O conjunto de moldagem foi confeccionado segundo a norma ASTM.F451-86 (Anexo A). Para que isso se tornasse possível, foram realizadas várias reuniões entre os pesquisadores e os técnicos da Indústria de Implantes Ortopédicos Baumer S.A., até que se chegasse ao projeto do conjunto de moldagem, que foi usinado em aço inoxidável pela indústria anteriormente citada e doado ao Departamento de Biomecânica, Medicina e Reabilitação do Aparelho Locomotor da Faculdade de Ribeirão Preto-USP, pela Indústria de Implantes Ortopédicos Baumer S.A.

O sistema é composto por duas placas maciças iguais e lisas e uma intermediária perfurada, medindo $76,2 \pm 0,2$ mm de diâmetro e $12,0 \pm 0,1$ mm de altura. Uma das placas lisas era posicionada inferiormente, funcionando como base (A_1), sobre ela era posicionada a placa perfurada com 48 orifícios de $6,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro e superiormente a outra placa lisa posicionada sobre as outras duas, funcionando como uma tampa (A_2).

Para facilitar a remoção dos 48 corpos de prova, foi confeccionado um pino removedor com diâmetro de 5,0 mm e comprimento de 5,0 cm, confeccionado em aço inoxidável (Figura 5).

A Figura 6 ilustra o conjunto de moldagem elaborada para a confecção dos corpos de prova, duas bases maciças (A_1 e A_2), uma placa perfurada (B), compressão do conjunto de moldagem na morsa (C) e pino removedor (D).

FIGURA 5. Croqui do molde para confecção de corpos de prova para o ensaio de resistência à compressão, segundo a norma ASTM F451-86. Dimensões em milímetro.

FIGURA 6. Sistema de moldagem dos CPDs. (A₁ e A₂) Placas lisas inferior e superior, respectivamente. (B) placa perfurada. (C) Pino removedor.

2.4 Confeção dos corpos de prova

Após o preparo dos quatro grupos experimentais de cimento ósseo, dois grupos manuais e dois a vácuo, a massa em estado pastoso foi transferida para o conjunto de moldagem.

Inicialmente, uma das tampas lisas (base) foi posicionada sobre uma mesa, o molde colocado sobre a base, lubrificado com um desmoldante Elgin[®] para facilitar tanto a colocação do cimento ósseo no conjunto de moldagem, assim como a sua remoção posteriormente.

A massa foi despejada sobre o molde e, com as mãos recobertas pela luva cirúrgica, acomodava-se a massa dentro dos orifícios do molde, até que todos os orifícios estivessem adequadamente preenchidos.

A tampa superior do molde foi então colocada, formando um bloco, o excesso de cimento ósseo entre as placas foi removido e o conjunto moldagem, pressionado em uma morsa pelo período de uma hora.

Completada uma hora, afrouxava-se a morsa, removia-se o conjunto de moldagem, separavam-se as tampas superior e inferior. Utilizando-se a granulometria, os CPDs eram regularizados, removendo-se todo o excesso de cimento ósseo tanto da parte superior como da inferior do molde, obtendo-se assim corpos de prova regulares com a altura de $12,0 \pm 0,1$ mm e diâmetro de $6,0 \pm 0,1$ mm.

A remoção dos CPDs foi realizada cuidadosamente com a ajuda do pino removedor. Após a remoção dos 48 CPDs, uma cuba de aço inoxidável estéril era utilizada para armazená-los nas condições ambientais pré-determinadas.

A identificação dos CPDs foi feita aleatoriamente, sendo numerados de 1 a 48. Cada grupo foi identificado de acordo com a marca do cimento ósseo e o tipo de mistura utilizado. Cada grupo experimental foi composto de 48 CPDs, perfazendo um total de 192 CPDs.

A Figura 7 apresenta exemplos de CPDs obtidos para os testes de compressão.

FIGURA 7. Exemplos de corpos de prova e sua de identificação.

2.5 Exame Macroscópico

Antes da realização dos ensaios mecânicos de compressão, foi realizada uma avaliação macroscópica em cada corpo de prova a fim de observar a existência de qualquer irregularidade grosseira que porventura pudesse estar presente.

Para cada corpo de prova foram realizadas três medidas, utilizando-se paquímetro digital Mitutoyo[®]: uma medida para a altura e duas outras medidas para o diâmetro do corpo de prova.

O objetivo da inspeção macroscópica após a obtenção dos corpos de prova foi o de certificar-se de que todos eles estavam dentro dos padrões requeridos pelas normas ISO 5833 e ASTM F451-86.

Apenas 1 CPD, pertencente ao grupo 1M, foi descartado por não apresentar as medidas padronizadas pelas normas, e, para não alterar os resultados, um corpo de prova de cada um dos outros três grupos experimentais foi descartado.

Após a realização dos ensaios de compressão dos quatro grupos experimentais, novamente foram realizadas medidas da altura e do diâmetro dos CPDs.

As medidas obtidas antes e após os testes de compressão foram comparadas e nos permitiram calcular as deformações apresentadas por cada CPD e o cálculo da mediana para a deformação de cada grupo experimental.

2.6 Ensaios de compressão

Os ensaios de compressão foram realizados em máquina universal de ensaios (M.U.E.), do Laboratório de Bioengenharia da Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto – USP. Os ensaios foram realizados (24 ± 2) h após a mistura, a uma temperatura ambiente de 21 ± 2 °C, com umidade relativa do ar de 80 ± 10 %. A M.U.E. foi dotada de uma célula de carga Kratos[®], com capacidade de carga de 500 kgf. Foi utilizada uma pré-carga de 5 kgf e uma velocidade de aplicação de carga de 0,1 mm/min, com um tempo de acomodação de 30 s. A deformação foi medida por um relógio comparador Mitutoyo[®], com precisão de 0,01 mm. Cada teste durou em média 5 minutos, sendo os dados de cada corpo de prova, como identificação, mensuração, padronização e valores obtidos nos ensaios de compressão anotados em ficha própria (Anexo C).

A Figura 8 ilustra os detalhes da máquina universal de ensaios de compressão ao inserir um CPD do nosso experimento, mostrando a montagem do

CPD, a célula de carga (A) e o relógio comparador (B). A Figura 9 exemplifica um CPD ao ser ensaiado, em uma imagem aproximada.

FIGURA 8. Dispositivos para os ensaios de compressão, a célula de carga (A) e o relógio comparador (B) com paralelismo entre as superfícies do corpo de prova..

FIGURA 9. Detalhe de um CPD ao ser ensaiado.

Após a coleta desses dados, estes foram transferidos para o programa Microsoft Excel, da Microsoft[®], e os valores de tensão e deformação no limite de

proporcionalidade e o módulo de elasticidade para cada corpo de prova de cada grupo experimental foram elaborados (Grupo 1M [Anexo D]; Grupo 1V [Anexo E]; Grupo 2M [Anexo F]; Grupo 2V [Anexo G]).

Com os gráficos tensão $\times$ deformação (Figura 10) obtidos de cada ensaio, utilizando-se o Programa Microsoft Excel da Microsoft®, foi calculada, a mediana para: tensão no limite de proporcionalidade (ponto C), deformação no limite de proporcionalidade, módulo de Young (E) para cada um dos quatro grupos experimentais de cimento ósseo.

Foram analisados os valores da tensão (MPa) e deformação (%) no limite de proporcionalidade (C) e a tangente α (cateto oposto/cateto adjacente), que é o módulo de elasticidade.

FIGURA 10. Gráfico tensão $\times$ deformação, ilustrando a carga e a deformação no limite de proporcionalidade (ponto C), a reta que representa a inclinação da curva ($\tan \alpha$) e o triângulo formado pela união dos pontos (OBC).

2.6.1 Limite de proporcionalidade

O limite de proporcionalidade (ponto C) é identificado como sendo o último ponto onde se encontra o segmento reto da curva tensão *versus* deformação.

Traçou-se uma curva de regressão, seguindo a inclinação, identificando-se o último ponto inserido nesta reta. As coordenadas deste ponto representam o limite de proporcionalidade para a curva tensão *versus* deformação. O critério neste experimento para a identificação do limite de proporcionalidade foi que os valores obtidos para carga que aumentavam progressivamente numa velocidade rápida comesçassem a decrescer ou se mantivessem estacionários por alguns segundos. Após a observação de um desses dois fatos, quatro outras medidas eram ainda realizadas e somente após a realização dessas quatro outras medidas a carga era removida. Para cálculo da tensão e da deformação utilizamos medidas de deformação de 1,10 mm. Para o cálculo da deformação final a seguinte fórmula foi utilizada:

$$\frac{\text{comprimento inicial} - \text{comprimento final}}{\text{comprimento inicial}}$$

A seguir, esses valores de deformação em mm foram transformados em valores percentuais, facilitando-se assim a comparação da deformação sofrida por cada corpo de prova a cada intervalo de aplicação de carga.

2.7 Avaliação radiográfica da porosidade

Os corpos de prova devidamente identificados foram radiografados utilizando-se mamógrafo de alta resolução Senograph[®] 700T, marca GE, com magnificação 1,5x, o filme utilizado foi o Kodak[®] MIN R 2000 (Anexo H).

As radiografias, a seguir, foram copiadas por scanner não reflexivo, as imagens armazenadas em um Compact Disc e posteriormente inspecionadas no programa Corel PHOTOPAINT[®] 9 para que pudéssemos observar a presença ou não das bolhas, não sendo possível quantificar o volume e a quantidade de bolhas apresentadas por cada grupo experimental, a avaliação foi subjetiva.

2.8 Análise dos dados

Comparamos os resultados obtidos relativos à tensão e à deformação no limite de proporcionalidade e Módulo de Young de cada grupo experimental com os demais.

Para análise de dados utilizou-se o Teste de Análise de Variância de Kruskal-Wallis para cada grupo experimental (Anexos I, J e L), com nível de significância de 5% ($p \leq 0,001$) e o método de múltipla comparação (Método de Dunn's), que estabeleceu as seguintes comparações, com nível de significância $p \leq 0,05$: Grupo1M

x Grupo1V; Grupo1M x 2M; Grupo1M x Grupo2V; Grupo1V x Grupo2M; Grupo1V
x Grupo 2V e Grupo 2M x Grupo 2V (Anexos I, J e L).

3 RESULTADOS

3.1 Ensaaios de compressão

O cálculo das medianas da curva tensão $\times$ deformação dos quatro grupos experimentais apresentado na Figura 11, elaborado a partir de dados obtidos nos ensaios de compressão de cada um dos 47 corpos de prova (Anexos D, E, F, e G) de cada grupo experimental submetido ao teste de Análise de Variância de Kruskal-Wallis, mostrou uma diferença estatisticamente significativa quanto ao valor do módulo de elasticidade desses quatro grupos experimentais de cimento ósseo ($p \leq 0,001$), sendo o maior valor do módulo de elasticidade encontrado no grupo 2M (1563 MPa).

FIGURA 11 –Representação gráfica da curva tensão x deformação para os quatro grupos experimentais ensaiados.

3.1.1 Módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade do cimento ósseo nacional preparado manualmente (Grupo 1M) foi de 1389,00 MPa; para o grupo preparado a vácuo (Grupo 1V) foi de 1263,00 MPa, não havendo diferença estatisticamente significativa entre esses dois grupos de cimento ósseo, quando analisados pelo Método de Dunn's ($p < 0,05$) (Anexo I).

Para os grupos de cimento ósseo importado, o preparado manualmente (Grupo 2M) com o maior valor de módulo de elasticidade 1563,00 MPa, este resultado foi estatisticamente significativa quando comparado aos grupos experimentais 1M, 1V e 2V; para o grupo preparado a vácuo (Grupo 2V) o módulo

de elasticidade foi de 1402,00 MPa, sendo este valor maior e estatisticamente significativo quando comparado ao grupo 1V ($p < 0,05$).

A Figura 12 ilustra a mediana dos quatro grupos experimentais de cimento ósseo analisados quanto ao módulo de elasticidade, no qual observamos que o cimento ósseo importado apresentou os maiores valores de módulo de elasticidade para ambos os métodos de mistura, sendo a mistura manual a de maior valor nesta propriedade. O cimento nacional apresentou valores menores quanto ao módulo de elasticidade quando comparado ao cimento ósseo importado e a mistura manual do cimento nacional foi a que apresentou o maior módulo de elasticidade.

FIGURA 12 – Medianas do módulo de elasticidade dos quatro grupos experimentais.

3.1.2 Tensão no limite de proporcionalidade

O teste de análise de variância de Kruskal – Wallis aplicado para avaliar a propriedade de tensão no limite de proporcionalidade dos quatro grupos experimentais de cimento ósseo (Anexo J) mostrou uma diferença significativa no cálculo das medianas da propriedade de tensão no limite de proporcionalidade ($p < 0,001$).

Os valores medianos da tensão no limite de proporcionalidade sendo que para o grupo 1M esse valor foi de 39,40 MPa, resultado maior e estatisticamente significativo quando comparado com os grupos 1V e 2M ($p < 0,05$). O grupo 1V, com um valor menor de tensão no limite de proporcionalidade 36,15 MPa em relação aos grupos 1M e 2V, apresentou diferença estatisticamente significativa em relação a esses grupos ($p < 0,05$) (Anexo J).

Para os grupos de cimento ósseo importado, preparados manualmente e a vácuo, o cálculo da mediana para a tensão no limite de proporcionalidade foi de 35,80 MPa e 39,65 MPa, respectivamente, o grupo 2M foi o que apresentou o menor valor de tensão no limite de proporcionalidade; a diferença foi estatisticamente significativa quando comparada aos grupos experimentais 1V e 2V ($p < 0,05$) (Anexo J).

A Figura 13 visualiza os dados de tensão no limite de proporcionalidade dos quatro grupos experimentais, os maiores valores foram apresentados pelo grupo de cimento nacional preparado manualmente (Grupo 1M) e pelo grupo de cimento importado preparado a vácuo (Grupo 2V).

FIGURA 13 – Valores das medianas da tensão no limite de proporcionalidade dos quatro grupos experimentais de cimento ósseo.

3.1.3 Deformação no limite de proporcionalidade

A porcentagem de deformação no limite de proporcionalidade entre os quatro grupos experimentais apresentou diferença estatisticamente significativa ($p < 0,001$) (Anexo L); a maior deformação foi encontrada no grupo 1M.

O cálculo da mediana do grupo 1M foi de 3,36%, este resultado foi maior e estatisticamente significativo quando comparado ao grupo 2M. Para o grupo 1V, a mediana da porcentagem de deformação no limite de proporcionalidade foi de 2,95%, valor maior e estatisticamente significativo em comparação ao grupo 2M.

O grupo experimental 2M com uma deformação de 2,53%, apresentou valor menor e estatisticamente significativo quando comparado aos grupos 1M e 1V, e o

grupo 2V, com uma deformação de 2,93%, apresentou valor maior e estatisticamente significativo em comparação ao grupo experimental 2M ($p < 0,05$) (Anexo L).

A Figura 14 demonstra que os maiores valores percentuais de deformação foram encontrados nos grupos 1M, ou seja, cimento nacional preparado manualmente, seguido pelo grupo 1V, cimento nacional preparado a vácuo. Para os cimentos importados, o grupo preparado a vácuo foi o que apresentou o maior valor percentual de deformação, e o preparado manualmente foi o de menor valor percentual de deformação, se comparado ao cimento de mesma nacionalidade ou ao cimento nacional.

FIGURA 14 – Gráfico representativo das medianas das porcentagens de deformação dos quatro grupos experimentais de cimento ósseo.

4 DISCUSSÃO

Existe uma extensa literatura sobre as propriedades mecânicas do cimento ósseo acrílico importado consideradas importantes para a sua caracterização como biomaterial de uso abrangente por todo o mundo, para especificamente fixar os componentes protéticos nas cirurgias de substituição articular especialmente do quadril, do joelho e do ombro.

A produção industrial do cimento ósseo acrílico requer tecnologia avançada, desenvolvida apenas em poucos países do primeiro mundo. Sua formulação química exata é considerada segredo industrial pelas indústrias que o produzem, que apenas fornecem os componentes empregados na sua fabricação. Isto faz com que o custo do uso do cimento acrílico importado seja elevado, adicionando-se ainda a seu preço os valores necessários para sua importação e comercialização.

O cimento chamado de nacional é na realidade também o cimento acrílico importado, uma vez que não temos tecnologia para produzi-lo. No entanto, o fato de ser embalado e comercializado por empresa nacional torna seu custo mais barato, acessível aos pacientes assistidos pelo Sistema Único de Saúde.

Existe um certo desconforto por parte dos ortopedistas brasileiros quanto ao uso deste cimento nacionalizado, temerosos de que o baixo custo seja obtido graças à perda de qualidade de um produto a ser implantado em seus pacientes.

A diferença existente é que os componentes nacionalizados são dosados mecanicamente enquanto os componentes do cimento importado são dosados eletronicamente.

Sabe-se que todas as marcas comerciais de cimento ósseo estão sujeitas a uma série de variáveis que podem interferir em suas propriedades mecânicas, como exemplos citamos as formulações comerciais, as condições de estocagem, os métodos de mistura entre outros.

Os métodos de preparação tão discutidos a partir do desenvolvimento das técnicas de cimentação de 2ª geração (WIXSON, LAUTENSCHLAGER, 1987; LIDGREN, BODELIND & MÖLLER, 1987; WANG *et al.*, 1996; CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY , 1996; KURDY, HODGKINSON & HAYNES, 1996; FRISTCH, 1996; LEWIS, 1997; GEIGER *et al.*, 2001) propõem uma melhora da resistência mecânica dos cimentos ósseos como consequência da redução da porosidade do cimento de 5 a 10%, valores considerados normais, para a mistura manual (CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY , 1996) para menos de 1% para a mistura a vácuo (WIXSON, LAUTENSCHLAGER & NOVAK, 1987).

Porém, estes dados não puderam ser confirmados neste trabalho pela dificuldade em dimensionar-se e quantificar-se a porosidade apresentada por cada corpo de prova de cada um dos quatro grupos experimentais do cimento ósseo, de maneira precisa como proposto por JAMES *et al.* (1992), que investigaram a porosidade utilizando a fractomografia, que permitiu dimensionar e quantificar o

número e o tamanho das macro e microporosidades. Nossa análise foi somente visual, utilizando-se uma imagem ampliada na tela do computador, constatando-se que o cimento importado misturado a vácuo apresentou maior porosidade que os outros três grupos experimentais: nacional e importado preparados manualmente e nacional preparado a vácuo, com níveis de porosidade menor para os grupos que foram preparados manualmente, mesmo que em níveis talvez acima do que a literatura considera como normais.

Na tentativa de justificar esse fato, dois novos grupos de cimento importado foram preparados nas mesmas condições descritas anteriormente e pôde-se observar que a porosidade foi realmente elevada.

Alguns fatores foram analisados na tentativa de justificar esses dados. Primeiramente, que nem todas as formulações comerciais de cimento ósseo teriam seus níveis de porosidade diminuídos pela mistura a vácuo (WANG *et al.*, 1996); em seguida que nem todos os equipamentos utilizados para a mistura a vácuo diminuem a porosidade do cimento ósseo, explicado pelo fato de que estes sistemas, em muitas situações, não misturam adequadamente o componente em pó, que fica concentrado dentro do misturador e não completamente misturado ao componente líquido (KURDY, HODGKINSON & HAYNES, 1996).

Um terceiro fato considerado extremamente importante para a mistura a vácuo foi a pressão atmosférica, questionada durante toda a análise deste trabalho. A literatura propõe que a utilização de sistemas de vácuo (WIXSON, LAUTENSCHLAGER & NOVAK, 1987; CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY, 1996; KURDY, HODGKINSON & HAYBES, 1996) deve proporcionar uma pressão atmosférica considerada ideal em torno de 500-550 mmHg, sendo que

pressões atmosféricas que variam entre 200-400 mmHg e maiores que 600 mmHg são incapazes de diminuir os percentuais de porosidade e até mesmo introduzindo mais porosidade na mistura, como em situações em que a pressão atmosférica é maior que 600 mmHg, facilitando a evaporação do monômero (GEIGER *et al.*, 2001).

WIXSON, LAUTENSCHLAGER & NOVAK (1987), ao testarem o cimento ósseo acrílico Simplex-P a uma pressão de vácuo de 550mmHg, encontraram níveis de porosidade menores que 1% quando comparados à mistura manual. Os testes de compressão mostraram uma resistência à compressão 24% maior para o grupo misturado a vácuo e 12% para os centrifugados ao serem comparados à mistura manual.

LING & LEE (1998) concluem que a mistura a vácuo reduz a porosidade em 2% a 5% comparados à mistura manual, porém, há uma predisposição de 30% maior para revisões tardias e 12% para as falhas do implante, “associando o insucesso do método de mistura aos sistemas de vácuo disponíveis no mercado”.

A pressão atmosférica empregada neste trabalho esteve em torno de 300-350 mmHg, situação disponível na maioria das salas cirúrgicas brasileiras na preparação a vácuo do cimento ósseo.

O fato de a porosidade não ter sido diminuída pela mistura a vácuo no grupo de cimento nacional é justificada, talvez, por trabalhos como de HANSEN & JANSEN (1992) e LING & LEE (1998), que encontraram dados semelhantes em seus trabalhos e concluíram que nem todas as formulações de cimento ósseo têm a sua resistência mecânica aumentada pela mistura a vácuo, citando exemplos de formulações comerciais de cimentos ósseos testados à compressão que apresentavam

uma resistência maior igual 100 MPa quando misturados manualmente e de 91 a 95 MPa quando misturados a vácuo.

O grupo de cimento importado misturado a vácuo teve a sua resistência mecânica à compressão melhorada quando comparado à mistura manual do mesmo grupo condição relatada por inúmeros trabalhos (CHAN, AHMED & JOHNSON, 1996; LEWIS, 1997; FRISTCH, 1996; LIDGRE, BODELIND & MÖLLER, 1987, WANG *et al.*, 1993; WIXSON, LAUTENSCHLAGER & NOVAK, 1987), que utilizaram esta mesma formulação comercial. O cimento ósseo é naturalmente frágil, a sua resistência à compressão é maior que sua resistência à tensão e varia usualmente entre 64 a 103 MPa, representando 50-70% da resistência do osso cortical humano (SAHA & PAL, 1984; CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY, 1996).

Quanto ao módulo de elasticidade, ou seja, a medida da rigidez dos quatro grupos experimentais, para o cimento nacional preparado manualmente e a vácuo, o grupo mais rígido foi o preparado manualmente; fato semelhante ocorreu nos grupos de cimento importado. Ao se estabelecer a relação entre cimento nacional e importado, este último foi o que apresentou maior módulo de elasticidade.

Os valores de módulo de elasticidade variam entre 2140-3100 MN/m² (SAHA & PAL, 1984), com uma média de 2700 MPa (CHAN, AHMED & JOHNSON in MORREY, 1996), representa cerca de 15% do coeficiente de elasticidade do osso cortical. Os valores aproximados do módulo de elasticidade do cimento, do osso e dos metais ortopédicos são 2 para o polimetilmetacrilato (PMMA), 20 para o osso, 100 para o titânio e 200 para o aço inoxidável e liga de cobalto (HARKESS in CANALE, 1998) O cimento deve funcionar como um

absorvedor de carga e distribuí-la nas interfaces cimento/osso e cimento/prótese. As causas de afrouxamento asséptico podem originar-se de falhas nas interfaces cimento/osso, entre implante/osso ou no próprio manto de cimento (WANG *et al.*, 1996). A propriedade da viscoelasticidade do cimento ósseo pode representar o sucesso ou a falha da cimentação nas substituições articulares; este fato ainda não é muito bem entendido, podendo a viscosidade natural contribuir para o afrouxamento (NORMAN *et al.*, 1995). Teoricamente, um módulo de elasticidade menor é vantagem nas hastes do quadril sem cimento, porque reduz o estresse do componente com o osso, sendo possível diminuir a remodelação óssea causada pelo estresse. Por outro lado, para os componentes cimentados, um maior módulo de elasticidade (maior rigidez) é uma vantagem, porque reduz o estresse ao redor do manto de cimento do componente e diminui o risco de falha do cimento, mas isso é uma desvantagem porque pode levar à reabsorção óssea, resultando eventualmente num suporte ruim para o cimento e com conseqüente falha deste, produzindo afrouxamento do componente. Claramente, o módulo de elasticidade pode ser considerado em contexto com os outros materiais utilizados nas artroplastias e seus módulos e não justifica isolado de cada um dos componentes utilizados nas cirurgias de substituição (HARKESS *in* CANALE, 1998).

Os índices de afrouxamento femoral que diminuíram marcadamente para menos de 3%, em um seguimento de 10 anos (GEIGER *et al.*, 2001), estão associados a alterações como o desenvolvimento de novas ligas para a fabricação de implantes, novos desenhos protéticos e as modernas técnicas de cimentação que procuram produzir um manto de cimento ósseo homogêneo que se inicia com uma adequada preparação e lavagem do canal femoral para a remoção dos debris de

tecidos, injeção retrógrada do cimento, tamponamento do canal femoral, a pressurização do cimento ósseo dentro do canal, permitindo sua maior interdigitação com o osso, além do uso de centralizadores que posicionam a haste femoral no centro do canal, possibilitando a formação de um manto de cimento ósseo uniforme.

Os valores de módulo de elasticidade inferiores apresentados por este trabalho, quando comparado à literatura, provavelmente estão relacionados ao fato de que a velocidade de carga aplicada durante a execução dos testes de resistência mecânica à compressão, 0,1 mm/min, utilizando a Máquina Universal de ensaios, foi inferior à velocidade padronizada pela ISO 5833, 20 mm/min, pois era a velocidade que o equipamento disponível em nosso laboratório permitia no momento da realização dos testes mecânicos.

A comparação entre os diferentes tipos de cimento misturados diferentemente, teria importância fundamental se demonstrasse claramente a superioridade do cimento importado misturado a vácuo sobre os demais. No entanto, o cimento importado misturado manualmente foi o que apresentou maior módulo de elasticidade com diferença estatisticamente significativa em relação aos outros. Podemos justificar este achado considerando que nossa técnica de mistura a vácuo não funcionou como sugerido pela nossa análise da porosidade, ou que realmente a mistura a vácuo não é eficaz.

É certo que a mistura do cimento importado a vácuo exibiu maior tensão no limite de proporcionalidade, indicando a capacidade maior deste grupo em absorver carga sem deformação permanente. Entretanto, o valor obtido neste ensaio para o cimento importado misturado a vácuo não foi estatisticamente diferente do valor obtido para a mistura manual do cimento nacional. Isto mostra não haver diferença

entre o cimento importado e o nacionalizado e, novamente, que nossa técnica de mistura a vácuo não foi eficiente.

A deformação no limite de proporcionalidade foi menor no grupo do cimento importado misturado manualmente, sendo esta diferença estatisticamente significativa em relação aos outros grupos. Deve ser lembrado que nos testes mecânicos de compressão a deformação elástica sob carga tende a aproximar as moléculas do corpo de prova, e sua resistência à carga pode ser mantida pelo menos no início da rotura do corpo testado. Deve ser ressaltado que nossos testes não produziram fraturas macroscópicas nos corpos de prova. A importância da menor deformação neste grupo reside no fato de ter sido ele o que apresentou o maior módulo de elasticidade e, uma vez que também apresentou a menor tensão no limite de proporcionalidade, o seu módulo de elasticidade elevado é devido principalmente a sua baixa deformação.

A preparação a vácuo não diminuiu a deformação percentual no limite de proporcionalidade para o cimento importado nem para o cimento nacional.

Nossos resultados parecem indicar que a mistura a vácuo, da forma que realizamos, não teve qualquer efeito sobre a resistência à compressão dos nossos diferentes corpos de prova. Também não conseguimos claramente evidenciar vantagens do cimento importado sobre o cimento nacionalizado, no tocante à resistência à compressão. É importante considerarmos as diferenças entre grupos tendo-se em conta que o coeficiente de elasticidade do cimento ósseo é menos de cerca de 15% do coeficiente do osso e portanto as pequenas diferenças que observamos provavelmente não tem qualquer importância clínica.

Neste trabalho apenas comparamos a resistência a compressão entre os diferentes cimento, e portanto não devemos extrapolar nossos resultados para outros testes mecânicos.

5 CONCLUSÃO

Os testes de resistência à compressão do cimento ósseo nacionalizado e importado, preparados manualmente e a vácuo, mostraram não haver diferença importante entre os dois tipos de cimento nem entre as duas formas de misturá-los.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASKEW, M.J.; KUFEL, M.F.; FLEISSNER JR, P.R.; GRADISAR JR, I.A.; SALSTROM, S.; TAN, J.S. *Journal of Biomedichals Materials Research*. v. 24, p. 573-580, 1990

ASTM - F 451-86.. *Standard Specifications for Acrylic Bone Cement*. New York, p. 97-103, sep. 1986.

BARB, W.; PARK, J.B.; KENNER, G.H.; RECUM, A.F. Intramedullary fixation of artificial hip joints with bone cement-precoated implants. I. Interfacial strengths. *Journal of Biomedical Materials Research*. v. 16, p. 447-458, 1982.

BISHOP, N.E.; FERGUSON, S.; TEPIC, S. Porosity reduction in bone cement at the cement-stem interface. *The Journal of Bone and Joint Surgery*. v. 78-B, n. 3, p. 349-356, may. 1996.

BURKE, D.W.; GATES, E.J.; HARRIS, W.H. Centrifugation as a method of improving tensile and fatigue properties of acrylic bone cement. *J. Bone Joint Surgery*. v. 66-A, n. 8, p. 1265-1273, oct. 1984.

CHAN, K.; AHMED, A.M.; JOHNSON, J.A. Polymethylmethacrylate. In: MORREY, B.F. (ed.) *Reconstructive surgery of the joints*. 2.ed. [s.l.]: [s.n.], 1996.

CHARNLEY, J. Anchorage of the femoral head prosthesis to the shaft of the femur. *The Journal of Bone and Joint Surgery*. V. 42B, n. 1, p. 28-30, feb. 1960.

COMBS, S.P.; GREENWALD, S. The effects of barium sulfate on the polymerization temperature and shear strength of surgical Simplex P. *Clinical Orthopaedics and Related Research*. n. 145, p. 287-299, nov./dec. 1979.

DANIELS, A. U.; TOOMS, R.E.; HARKESS, J.W. Introduction and overview. In: CANALE, Terry (ed.) *Campbel's operative orthopaedics*. 9. ed. St. Louis, Missouri: Mosby-Year Book, 1998. v. 1. p. 212-227.

DAVIES, J.P.; BURKE, D.W.; O'CONNOR, D.O.; HARRIS, W.H. Comparison of the fatigue characteristics of centrifuged and uncentrifuged Simplex P bone cement. *Journal of Orthopaedic Research*. n. 5, p. 366-371, 1987.

DAVIES, J.P.; O'CONNOR, D.O.; BURKE, D.W.; JASTY, M.; HARRIS, W.H. The effect of centrifugation on the fatigue life of bone cement in the presence of surface irregularities. *Clinical Orthopaedics and Related Research*. n. 229, p. 156-161, mar. 1988.

DEB, S.; VASQUEZ, B.; BONFIELD, W. Effect of crosslinking agents on acrylic bone cements based on poly(methylmethacrylate). 1997.

FRITSCH, E.W. Static and fatigue properties of two new low-viscosity PMMA bone cements improved by vacuum mixing. *Journal of Biochemical Materials Research*. v. 31, p. 451-456, 1996.

GEIGER, M.H.; KEATING, E.M.; RITTER, M.A.; GINTHER, J.A.; FARIS, P.M.; MEDING, J.B. The clinical significance of vacuum mixing bone cement. *Clinical orthopaedics and related research*. n. 382, p. 258-266, jan. 2001.

GOODMAN, S.B.; FORNASIER, V.L.; KEI, J. The effect of bulk *versus* particulate polymethylmethacrylate on bone. *Clinical Orthopaedics and Related Research*. n. 232, p. 255-262, jul. 1988.

HAAS,S.S.; DICKSON, G.; BRAUER, G.M. A proposed specification for acrylic bone cement. *J. Biomed. Mater. Res. Symposium*. n. 6, p. 105-117, 1975.

HANSEN, D.; JENSEN, J.S. Mixing does not improve mechanical properties or all bone cements. *Acta Orthop Scand*. V. 63, n. 1, p. 13-18, 1992.

HARKESS, James W. Arthroplasty of hip. In: CANALE, Terry (ed.) *Campbel's operative orthopaedics*. 9. ed. St. Louis, Missouri: Mosby-Year Book, 1998. v. 1. p. 300-472.

INTERNATIONAL STANDARD. ISO 5833. Implants for surgery – Acrylic resin cements. Genève: International Organization for Standardization. p. 8-17, 1992.

JAMES, S.P.; JASTY, M.; DAVIES, J.; PEIHLER, H.; HARRIS, W.H. A fractographic investigation of PMMA bone cement focusing on the relationship between porosity reduction and increased fatigue life. *Journal of Biomedichals Materials Research*. v. 26, p. 651-662, 1992.

JOHNSON, J.A.; PROVAN, J.W.; KRYGIER, J.J.; CHAN, K.H.; MILLER, J. Fatigue of acrylic bone cement – effect of frequency and environment. *Journal of Biomedical Materials Research*. v. 23, p. 819-831, 1989.

KRAUSE, W.; MATHIS, R.S. Fatigue properties of acrylic bone cements: review of the literature. *J. Biomed. Mater. Res. Applied Biomaterials*. v. 22, n. A1, p. 37-53, 1988.

KRAUSE, W.; MATHIS, R.S.; GRIMES, L.W. Fatigue properties of acrylic cement: S-N, P-N, and P-S-N data. *J. Biomed. Mater. Res.: Applied Biomaterials*. v. 22, n. A3, p. 221-244, 1988.

KRAUSE, W.R.; GRIMES, L.W.; MATHIS, R.S. Fatigue testing of acrylic bone cements: statistical concepts and proposed test methodology. *J. Biomed. Mater. Res.: Applied Biomaterials*. v. 22, n. A2, p. 179-190, 1988.

KURDY, N.M.; HODGKINSON, J.P.; HAYNES, R. Acrylic bone-cement. *The Journal of Arthroplasty*. v. 11, n. 7, p. 813-819, 1996.

LEE, A.J.C.; LING, R.S.M.; WRIGHTON, J.D. Some properties of polymethylmethacrylate with reference to its use in orthopaedic surgery. *Clinical Orthopaedics and Related Research*. n. 95, sep. 1973.

LEWIS, G. Properties of acrylic bone cement: state of the art review. *J. Biomed. Res.* v. 38, n. 2, p. 155-182, 1997.

LEWIS, G. Effect of mixing method and storage temperature of cement constituents on the fatigue and porosity of acrylic bone cement. p. 143-149, 1999.

LEWIS, G. NYMAN, J. TRIEU, H.H. The apparent fracture toughness of acrylic bone cement: effect of three variables. *Biomaterials*. n. 19, p. 961-967, 1998.

LEWIS, G.; NYMAN, J.S. Toward standardization of methods of determination of fracture properties of acrylic bone cement and statistical analysis of test results. *J. Biomed. Mater. Res.* v. 53, n. 6, p. 748-768, 2000.

LIDGREN, L.; BODELIND, B.; MÖLLER, J. Bone cement improved by vacuum mixing and chilling. *Acta Orthop. Scand.* n. 57, p. 27-32, 1987.

LING, R.S.M.; LEE, A.J.C. Porosity reduction in acrylic cement is clinically irrelevant. *Clinical Orthopaedics and Related Research*. n. 355, p. 249-253, 1998.

MAJKOWSKI, R.S.; MILES, A.W.; BANNISTER, G.C.; PERKINS, J.; TAYLOR, G.J.S. Bone surface preparation in cemented joint replacement. *The Journal of Bone and Joint Surgery*. v. 75-B, n. 3, p. 459-463, may. 1993

MOLINO, L.N.; TOPOLESKI, L.D.T. Effect of BaSO₄ on the fatigue crack propagation rate of PMMA bone cement. 1996.

MULROY JR., R.D.; HARRIS, W.H. The effect of improved cementing techniques on component loosening in total hip replacement. *The Journal of Bone and Joint Surgery*. v. 72-B, n. 5, p. 757-760, sep. 1990.

MULROY, W.F.; ESTOK, D.M.; HARRIS, W.H. Total hip arthroplasty use of so-called second-generations cementing techniques. *The Journal of Bone and Joint Surgery*. v. 77A, n.12, p. 1845-1852, dec. 1995.

NORMAN, T.L.; KISH, V.; BLAHA, J.D.; GRUEN, T.A.; HOSTOSKY, K. Creep characteristics of hand- an vacuum-mixed acrylic bone cement at elevated stress levels. *Journal of Biomedical Materials Research*. v. 29, p. 495-501, 1995.

RIMNAC, C.M.; WRIGHT, T.M.; MCGILL, D.L. The effect of centrifugation on the fracture properties of acrylic bone cements. *The Journal of Bone and Joint Surgery*. v. 68A, n. 2, p. 281-287, feb. 1986.

ROSTOKER, W.; LEREIM, P.; GALANTE, J.O. Effect of an *in vivo* environment on the strength of bone cement. *Journal of Biomedical Materials Research*. v. 13, p. 365-370, 1979.

SAHA, S.; PAL, S. Mechanical properties of bone cement: a review. *Journal of Biomedical Materials Research*. v. 18, p. 435-462, 1984.

SCHREURS, B.; SPIERINGS, P.T.J.; HUISKES, R.; SIOOFF, T.J.J.H. Effects of preparation techniques on the porosity of acrylic cements. *Acta Orthop Scand*. v. 59, n. 4, p. 403-409, 1988.

SCHURMANN, D.J.; BLOCH, D.A.; SEGAL, M.R.; TANNER, C.M. Conventional cemented total hip arthroplasty. *Clinical Orthopaedics and Related Research*. n. 240, p. 173-180, 1989.

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO. Faculdade de Medicina. Instituto de Ortopedia e Traumatologia - Hospital das Clinicas. *Avaliação da qualidade dos cimentos ósseos encontrados no mercado nacional*. Laboratório de Biomecânica LIM-41. São Paulo, 1996. 133 p. (Apostila).

WANG, J.S.; TOKSING-LARSEN, S. MÜLLER-WILLE, P.; FRAZÉN, H. is there any difference between vacuum mixing systems in reducing bone cement porosity? *Journal of Biomedical Material Research (Applied Biomaterials)*. v. 33, p. 115-119, 1996.

WIXSON, R.L.; LAUTENSCHLAGER, E.P.; NOVAK, M.A. Vacuum mixing of acrylic bone cement. *The Journal of Arthroplasty*. v. 2, n. 2, p.141-149, jun. 1987.

ANEXO A
ASTM F451-86

Standard Specification for Acrylic Bone Cement¹

This standard is issued under the fixed designation F 451; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This specification covers self-curing resins used primarily for the fixation of internal orthopedic prostheses. The mixture may be used in either the predough or dough stage in accordance with the manufacturer's recommendations.

1.2 Units of premeasured powder and liquid are supplied in a form suitable for mixing, which then sets in place.

1.3 While a variety of copolymers and comonomers may be incorporated, the composition of the set cement shall contain poly(methacrylic acid esters) as its main ingredient.

1.4 This specification covers compositional and physical performance and packaging requirements, but does not cover toxicity nor biocompatibility of the cement. The biocompatibility of acrylic bone cement has been reported in the literature (1).²

1.5 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standard:

D3835 Test Method for Measuring the Rheological Properties of Thermoplastics with a Capillary Rheometer³

2.2 ANSI/ADA Standard:

No. 15 Specification for Acrylic Resin Teeth⁴

3. Definition

3.1 *unit*—one package or vial of premeasured powder component and one package or vial of premeasured liquid component.

4. Physical Requirements

4.1 Liquid:

4.1.1 *Appearance*—The liquid shall be free of extraneous particulate matter or obvious visual contaminants in its container.

4.1.2 *Stability*—The liquid shall not increase in original viscosity to such an extent that its flow time will be increased

by more than 10 % when heated 48 h at 60 ± 2 % in the dark, in a closed container (7.3).

4.1.3 *Sterility*—The liquid, as poured from its container, shall pass the tests described in "Sterility Tests—Liquid and Ointments" (7.4) (2).

4.2 Powder:

4.2.1 *Appearance*—The powder shall be pourable and free of extraneous materials, such as dirt or lint (7.2.2).

4.2.2 *Sterility*—The powder, as poured from its package, shall pass the tests described in "Sterility Tests—Solids" (7.4) (2).

4.3 Powder-Liquid Mixture:

4.3.1 If the mixture is to be used in its predough stage, the material shall conform to the properties given in Table 1.

4.3.2 If the mixture is to be used in its dough stage, the material shall conform to the properties given in Table 1.

4.3.3 If the mixture can be used in either its predough or dough stages, separate units must be tested for compliance with 4.3.1 and 4.3.2.

4.4 *Cured Polymer*—The material after setting shall conform to the properties given in Table 2.

5. Weights and Permissible Variations

5.1 Weight and volume measurements shall be made on the respective powder and liquid components of five units (see 3.1). These units may be subsequently utilized in any of the nonsterile tests of this specification.

5.2 The weights, or volume of the powder and liquid components, or both, shall not deviate by more than 5 % from those stated on the package (9.2.2), of each of five units.

5.3 Where a radiopaque material is supplied for addition to the powder at the discretion of the surgeon, the weight or volume percent of the radiopaque material shall not deviate by more than 15 % from the value stated on the package (9.2.3).

6. Sampling

6.1 Units of powder and liquid shall be procured to provide sufficient material for all the tests of this specification. The units shall be obtained from regular retail distribution channels. Provided no repeat tests are required, this will amount to between seven and ten units.

6.2 It will only be necessary to maintain sterility in tests described in 7.4. All other tests described in this specification need not be conducted under sterile conditions.

7. Test Methods and Sample Size

7.1 Maintain all equipment, mixing surfaces, and materials at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ at least 2 h prior to testing and conduct all tests at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ and 50 ± 10 % relative humidity unless otherwise specified.

¹ This specification is under the jurisdiction of ASTM Committee F-4 on Medical and Surgical Materials and Devices and is the direct responsibility of Subcommittee F04.02 on Resources.

Current edition approved July 25, 1986. Published September 1986. Originally published as F 451 - 76. Last previous edition F 451 - 76¹.

² The boldface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of this standard.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.03.

⁴ Available from American National Standards Institute, 1430 Broadway, New York, NY 10017.

7.2 *Inspection*—Use visual inspection in determining compliance to the requirements outlined in 4.1.1, 4.2.1, 8.1 and 8.2.

7.2.1 The liquid component of two separate units shall comply with the requirements of 4.1.1 and 8.1.

7.2.2 The powder component of two separate units shall comply with the requirements of 4.2.1 and 8.1.

7.3 *Liquid Component Viscosity*—Record the viscosity change of two separate units (4.1.2) before and after the heating exposure by timing the flow of the liquid level between the 0 and 5 mL marks of a 10 mL measuring pipet. Calculate the percent change as follows:

$$\% \text{ Change} = \frac{t_a - t_b}{t_b} \times 100$$

where:

t_b = flow time before heating, and

t_a = flow time after heating exposure (4.1.2) of $60 \pm 2^\circ\text{C}$ for 48 h in the dark in a closed container.

7.3.1 An alternative method for viscosity may be used if it can be demonstrated to yield similar results. Both shall comply to the less than 10 % change specified (4.1.2).

7.4 The components of the two units shall be tested for sterility in accordance with the test methods described in U.S. Pharmacopocia, "Sterility Tests" (2).

7.5 *Doughing Time:*

7.5.1 *Environment*—All equipment, mixing surfaces, and material (unit size) shall be maintained at $23 \pm 1^\circ\text{C}$ at least 2 h prior to testing and tests shall be conducted at $23 \pm 1^\circ\text{C}$. The relative humidity shall be $50 \pm 10\%$.

7.5.2 Mix all the powder and liquid of a single unit together as directed by the manufacturer's instructions (8.5.2). Start a stop watch at the onset of combining the liquid to the powder and read all subsequent times from this stop watch. Approximately 1.5 min after the onset of mixing, gently probe the mixture with a non-powdered surgically gloved (latex) finger. Take visual notice as to the formation of fibers between the surface of the mix and the finger as it leaves the surface. Repeat this process from that time on at 15-s intervals until the gloved finger separates cleanly. Denote the time at which this is first observed as the doughing time. Mix the mixture between determinations to expose fresh material for each probing.

7.5.3 Determine the doughing time from two separate units.

TABLE 1 Requirements for Powder Liquid Mixture

Property	Extrusion, Viscosity Tests	Dough Usage, Intrusion Tests
Max Dough Time, min.	5.0	5.0
Setting Time Range, min.	5 to 15	5 to 15
Temperature, max., $^\circ\text{C}$	90	90
Intrusion, min., mm	...	2.0

TABLE 2 Requirements for Cured Polymer After Setting

Property	Requirement
Compressive Strength, min., MPa	70
Indentation, max., mm	0.14
Recovery, min., %	60

7.5.4 The two values found shall agree within 30 s of each other, otherwise repeat the test on two additional units. Report the average of all four tests and the range of values.

7.5.5 Report the doughing time to the nearest 15 s as the average of all determinations. Maximum and minimum values of doughing times measured shall not differ by more than $\pm 1\frac{1}{2}$ min from the average.

7.6 *Maximum Temperature*—Within 1 min after doughing time, gently pack approximately 25 g of the dough described in 7.5 into the mold described in Fig. 1. This mold shall be made of polytetrafluoroethylene (PTFE) and be equipped with a No. 24 gage wire thermocouple, or similar device, positioned with its junction in the center of the mold at a height of 3.0 mm in the internal cavity. Immediately seat the plunger with a C-clamp or suitable press to produce the 6.0 mm specimen height. Upon producing plunger seating, remove the excess material and the C-clamp or press for the remainder of the procedure. Continuously record the temperature with respect to time from the onset of mixing the liquid and the powder until cooling is observed, Fig. 2. Report the maximum temperature recorded to the nearest 1°C . This should not exceed the value given in Table 1.

7.6.1 The maximum temperature shall be the average of two separate determinations reported to the nearest 1°C .

7.6.2 If the difference between the maximum temperature for the two determinations is greater than 5.0°C , repeat the test on two additional units and report the average of all four runs to the nearest 1°C . Individual maximum and minimum values for maximum temperature shall not differ by more than $\pm 4^\circ\text{C}$ of the average value of all determinations.

7.7 *Setting Time*—From the continuous time versus temperature recording of 7.6, the setting time (T_{set}) is the time when the temperature of the polymerizing mass is as follows:

$$T_{\text{amb}} + (T_{\text{max}} - T_{\text{amb}})/2$$

where:

T_{max} = maximum temperature, $^\circ\text{C}$, and

T_{amb} = ambient temperature of $23 \pm 1^\circ\text{C}$.

7.7.1 Report the setting time to the nearest 5 s.

7.7.2 Make two separate determinations of the setting time.

7.7.3 The two values should agree within 1 min of each other, otherwise repeat the test on two additional units and report the average of all runs.

7.7.4 Report the setting time to the nearest 15 s as the average of all determinations.

7.8 *Flow Properties and Viscosity Determination*—The manufacturer must specify whether the cement may be used in its pre-dough or dough state, or both. The determination of its usage dictates which of the following tests the cement should comply with. If the mixture is to be utilized in the pre-dough stage, use the extrusion, viscosity test (7.8.1) and Table 1. If the mixture is to be utilized in the dough stage, use the intrusion test (7.8.2) and Table 1. If the mixture is to be used as a dual usage cement, then both the extrusion (7.8.1) and intrusion (7.8.2) tests must be performed.

7.8.1 *Extrusion, Viscosity:*

7.8.1.1 *Apparatus:*

7.8.1.1(a) *Rheometer*—Any capillary rheometer is satisfactory in which acrylic bone cement can be forced from a reservoir through a capillary die and in which temperature,

FIG. 1 Exothermic Heat Mold

FIG. 2 Continuous Temperature Record

7.8.1.1(b) Due to the extreme sensitivity of flow data to the capillary dimensions, it is important that the capillary dimensions are measured with precision and reported. The length to diameter ratio shall normally be between 20 and

7.8.1.2 **Calibration**—Perform the test with a certified standard viscosity fluid approximating that expected for bone cement (50 N·s/m² to 500 N·s/m²). Determine the viscosity of the standard fluid and the percent error from its specified value. Report this error along with the viscosity of the tested cements.

7.8.1.3 *Corrections*—Since bone cement is a non-Newtonian fluid, the data may be reported as corrected data.

For example, true shear rates, corrected for non-Newtonian flow behavior and true shear stress corrected for end effects or kinetic energy losses, may be calculated. In such cases, the exact details of the mode of correction must be reported. Some correction factors which may apply are:

- (a) Piston friction,
- (b) Plunger back flow,
- (c) Cement compressibility,
- (d) Barrel back pressure,
- (e) Capillary entrance effects (Bagley correction) (5),
- (f) Rabinowitsch shear rate correction (6).

7.8.1.4 Procedure:

7.8.1.4.1 Select conditions of temperature and shear stress or shear rate in accordance with expected usage so that the low rate will fall within desired limits.

7.8.1.4.2 Inspect the rheometer and clean it if necessary. Insure that previous cleaning procedures and usage have not changed the dimensions or caused scratches or defects in the capillary or apparatus. Make the necessary measurements on the apparatus for future calculations. Prepare the apparatus or running the test.

7.8.1.4.3 Mix one or more complete unit(s) of powder and liquid in the recommended manner. Start a stop watch at the onset of mixing and read all subsequent times from this watch. After complete mixing, transfer the cement to the normally equilibrated reservoir, and eject any entrapped air or excess bone cement.

7.8.1.4.4 Start the apparatus at a time not greater than 2½ min from the start of mixing and continue operating until the estimated dough time or the viscosity exceeds 500 N·s/m².

7.8.1.4.5 Disassemble the apparatus quickly before the cement sets and clean the apparatus of all remaining cement.

7.8.1.5 Calculations—Perform the calculation for viscosity of the cement at time intervals of 15 s from the start to finish of test run. Use the following equations:

$$\text{Shear Stress, Pa} = \frac{Pr}{2L} = \frac{Fr}{2\pi R^2 L}$$

$$\text{Shear Rate, s}^{-1} = \frac{4Q}{\pi r^3} = \frac{4V}{\pi r^3 t}$$

$$\text{Viscosity, Pa·s} = \frac{Pr^4}{8LQ} = \frac{Fr^4 t}{8R^4 LV}$$

where:

P = pressure by ram, Pa,

F = force on ram, N,

r = radius of capillary, m,

R = radius of barrel, m,

L = length of capillary, m,

Q = flow rate, m³/s,

V = volume extruded, m³, and

t = extrusion time, s.

7.8.1.5.1 These equations yield true shear rate and true viscosity for Newtonian fluids only; for non-Newtonian fluids, such as bone cement, the apparent shear rate and viscosity are obtained.

7.8.1.6 Report—The report of the flow properties of the cement shall include:

7.8.1.6.1 Description of the rheometer used.

7.8.1.6.2 Temperature at which the data were obtained.

7.8.1.6.3 The capillary diameter and length to diameter ratio of the capillary.

7.8.1.6.4 The shear rate at which the test was performed.

7.8.1.6.5 Viscosity versus observation time for three runs.

7.8.1.6.6 Statement as to whether any correction factors (7.8.1.3) were applied.

7.8.2 Intrusion:

7.8.2.1 The mold necessary for this test shall be made of PTFE and is shown in Fig. 3. Mix one complete unit of powder and liquid in the recommended manner (4.3.1). When doughing is achieved, gently pack the entire mixture flat into the mold and insert the plunger. One minute after the doughing time, place a load of 49 N (11 lbf) on top of the plunger for one minute. Then remove the weight and allow the mixture to set.

7.8.2.2 Following the set, remove the specimen and measure the average height of the intrusion into all four of the 1.0-mm diameter holes of the die to the nearest 0.5 mm.

7.8.2.3 Run this test once. If the requirement is not met, it must be met so in a repeat test.

7.9 Compressive Strength—The test specimens shall be cylinders 12 mm high and 6 mm in diameter. The ends of the specimens shall be flat and smooth and shall be parallel to each other and at right angles to the long axis of the cylinder. An apparatus found convenient for forming these test cylinders is shown in Fig. 4. An apparatus containing

NOTE—Dimensions in millimetres; 4 holes in bottom to be 1.00 ± 0.05 . Tolerance on all other dimensions ± 0.2 . Material for all components: Poly(tetrafluoroethylene), poly(ethyleneterephthalate), polyoxymethylene, or high density polyethylene.

FIG. 3 Intrusion Mold

FIG. 4 Compression Specimens Mold

FIG. 5 Failure Load Criteria

more specimen holes may be used as long as adequate spacing between holes is maintained. A mold release agent or silicone spray may be sparingly applied to facilitate specimen removal.

7.9.1 Place the specimen mold on a flat glass or smooth metal plate and slightly overfill using one unit of mixed cement of standard proportions at the commencement of dough time. Press a second flat glass or smooth metal plate on top of the mold. Hold the mold and plates firmly together with a small C-clamp. Then, 1 h later, surface the ends of the cylinder plane at right angles to the axis. The ends of the specimens may be ground flat to the axis by use of a small amount of 240-mesh silicon carbide powder and water. Draw the molds containing the specimens back and forth across the plate coated with the abrasive and water. After surfacing, remove the specimens from the mold.

7.9.2 The time lapse between the start of mixing and the measurement of the compressive strength testing shall be 24 ± 2 h. Storage of the specimens before testing shall be at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ and $50 \pm 10\%$ relative humidity. Run specimens on any universal testing machine equipped to record load versus deformation. Employ a deformation cross head speed of 20 or 25.4 mm/min. Test the specimens without the use of any

type of pad between the specimen and the platens of the machine. The failure load shall be the load at the 2.0 % offset (2.0 % proof stress), upper yield point, or at fracture, whichever occurs first (Fig. 5).

7.9.2.1 Calculate the compressive strength as the failure load divided by the calculated cross-sectional area.

7.9.2.2 Report the compressive strength as the average of a minimum of five specimens to the nearest 1 MPa (150 psi).

7.9.3 Repeat the compressive strength test after immersing a minimum of five test specimens in water at 37°C for seven days ± 2 h.

7.9.3.1 After removing the specimens from the mold (7.9.1) place the specimens in water at 37°C . Maintain the samples in the water bath for seven days ± 2 h.

7.9.3.2 Test the specimens in accordance with 7.9.2.

7.9.3.3 Report the compressive strength as the average of a minimum of five specimens to the nearest 1 MPa (145 psi). If the strength is less than 90 % of the value reported in 7.9.2.2, repeat the test. The minimum acceptable strength is 90 % of the value reported in 7.9.2.2 or the value stated in Table 2, whichever is greater.

7.10 *Indentation and Recovery* (see ANSI/ADA Specification No. 15)—Determine the indentation resistance at 24 ± 2 h after start of mixing with a "Rockwell" type superficial hardness tester. Use the disk made in 7.6, avoiding the region of the thermocouple placement. Remove any flash or other irregularity which would prevent the disk from seating firmly on the hardness tester.

7.10.1 Since some of these "Rockwell" type superficial hardness testers are designed for multiple applications, exercise care to ensure that the instrument used is rigged to apply the loads prescribed below and that the dial gage referred to for measurement of penetration is one having an accuracy of 0.001 mm (0.00004 in.).

7.10.2 Before conducting the test, determine the inherent frame spring factor of the instrument, that is, the amount the frame opens during the application of the major load. The average of three determinations shall be recorded as *A*.

7.10.2.1 Remove the anvil and indenter components.

7.10.2.2 Place a Rockwell "C" calibration block on the anvil seat.

7.10.2.3 Apply the 29.4 N minor load.

7.10.2.4 Apply the 290.4 N major load.

7.10.2.5 Remove the major load and re-zero the instrument.

7.10.2.6 Repeat steps 7.10.2.4 and 7.10.2.5 until the instrument consistently reads zero upon removal of the major load.

7.10.2.7 Then re-apply the major load. The resulting reading, that is, the number of dial divisions through which the needle passes, reflects the inherent frame spring factor, *A*. Repeat three times for an average *A*.

7.10.3 Replace the spot anvil and 12.7-mm ball indenter components and use a Rockwell 30 "Y" block to calibrate the instrument.

7.10.4 Test the specimens in the following manner. The average of three determinations (each at a separate location) shall be made for total indentation and recovery.

7.10.4.1 Apply the minor load.

7.10.4.2 Apply the major load (which includes the minor load) for 10 min.

F 451

7.10.4.3 Record the value registered as Reading *B* (indentation plus spring factor).

7.10.4.4 Remove the major load leaving the minor load resting on the specimen.

7.10.4.5 Then, 10 min later, record the value of the number of dial divisions subtracted from 100 as Reading *C* (Recovery Reading).

7.10.4.6 The total indentation under load and recovery shall be determined using the following equations:

$$\text{Total Indentation Under Load (mm)} = B (\text{avg.}) - A (\text{avg.})$$

$$\text{Recovery, \%} = \frac{B (\text{avg.}) - A (\text{avg.}) - C (\text{avg.})}{B (\text{avg.}) - A (\text{avg.})} \times 100$$

7.11 *Precision and Bias*—Since 1976, the original Specification F 451 methodologies have reportedly been routinely utilized by the various manufacturers. With the exception of the viscosity method of 7.8.1, which is based on another accepted ASTM document (Test Method D 3835), each test methodology in Section 7 contains its own statement of reporting acceptable levels of performance, reproducibility, and precision. Therefore, no interlaboratory studies have been performed by the Committee F-4.

Packaging

8.1 Materials shall be supplied in properly sealed containers made of materials that shall not contaminate or permit contamination of the contents. The containers shall be packaged so as to prevent damage or leakage during shipping and storage. Materials must be packaged to permit sterile transfer of contents to the sterile field.

8.2 The contents shall be easily accessible, easy to open, and convenient to mix in the operating room. Entire package contents (both powder and liquid) must be mixed to achieve recommended proportions.

Labeling

9.1 Labeling on these cements must be in conformance with the Federal Food, Drug, and Cosmetic Act, Code of Federal Regulations, and other pertinent laws and regulations.

9.2 The following minimal information must appear on the container label.

9.2.1 It shall be clearly stated or color coded, or both, if the mixture is intended for usage in the pre-dough, dough, or dual usage state.

9.2.2 The weight or volume, or both, of the liquid and powder components must be stated.

9.2.3 Constituents of the powder and liquid shall be clearly stated in terms of weight or volume percent. This shall include the generic names of polymers, copolymers, chemical initiators, stabilizers, cross-linking agents, and any other ingredients, such as radiopacify agents, gels, fillers, or antibiotics.

9.2.4 A statement that the contents are sterile and that the sterility shall be guaranteed only if the containers are undamaged.

9.2.5 The following warning shall appear on the label: (a) Flammable liquid; (b) Store below 25°C, and (c) Protect from light.

9.2.6 A statement to the effect that federal law restricts this device for sale by or on the order of a physician should be displayed.

9.2.7 The manufacturer and distributor shall be identified.

9.2.8 Each individual component of the package unit must be clearly identified as to batch or lot number.

9.3 The following information shall appear on the product insert labeling accompanying each package.

9.3.1 Adequate and accurate instruction shall be given for handling the components and preparing the cement. Instructions shall include a directive to mix all of the powder with all the liquid of a single unit. Procedures required to mix the materials, along with recommended mixing utensils, shall be given.

9.3.2 Proper technique for administration and recommended procedures for using the cement, including any special precautions, shall be indicated.

9.3.3 Toxic, hazardous, or irritating characteristics associated with the handling and use of the components and cement shall be indicated.

9.3.4 A statement shall be included that states that high temperatures of either the ambient surroundings or material will cause shorter doughing, working, and setting times, while low temperatures of either the ambient surroundings or material will increase doughing, working, and setting times.

9.3.5 The ranges of doughing and setting times as measured at 23 ± 1°C (7.5 and 7.7) shall be clearly stated.

APPENDIX

(Nonmandatory Information)

X1. RATIONALE

X1.1 Acrylic bone cement is a powder-liquid system that is currently sold in the United States for the fixation of internal orthopedic appliances. Because it plays a key role in highly synchronized surgical procedures, such as total joint replacement, its setting characteristics must be known and consistent each time. The material must also have adequate physical properties for placement and function. To these

ends, the standard is addressed.

X1.2 While many of the tests are obvious forms of good manufacturing practice, others may be slightly more subtle and require some elaboration.

X1.2.1 The stability test measures the viscosity after storing the liquid at 60°C. This is an accelerated aging test to ensure that the monomeric component of the bone cement

F 451

does not readily polymerize prematurely while stored before use.

X1.2.2 The dough and set times check that the material will be ready for placement at the proper time in the surgical procedure and that it will set neither prematurely nor in a delayed fashion.

X1.2.3 The maximum temperature test makes sure that the mass will not release excessive heat during setting. This could be damaging to the patient's tissue if not properly controlled.

X1.2.4 The dough and setting times and maximum temperature test also evaluate other important parameters. These tests will only respond consistently in the required time and temperature ranges if the powder particle size distribution, the liquid to powder ratio, the complex chemical compositions of both the powder and liquid, and the catalyst amount and distribution have been properly formulated and meted out and strict quality control during all stages of manufacturing is carefully monitored.

X1.2.5 The viscosity tests of the predough material and intrusion evaluations demonstrate that the material will flow into the bony interstices and around prostheses to produce adequate mechanical interlocking upon setting of the material.

X1.2.6 The compressive strength test measures if the set material will be strong enough for clinical applications.

X1.2.7 The indentation and recovery measures the resist-

ance of the surface to an applied load and recovery after release of this load. Multiple measurements of indentation and recovery on various surface locations will verify that the liquid was properly distributed during mixing and pockets of unreacted liquid or low molecular weight polymer are not likely to be present.

X1.3 Further topics presently under consideration for eventual addition to the specification are as follows:

X1.3.1 Other mechanical tests, such as tension, flexion, and fracture toughness, which may be more sensitive to internal porosity and surface defects than the current compression test.

X1.3.2 Statement of biocompatibility of the cement.

X1.3.3 Shortening the time spans of the indentation tests.

X1.3.4 Requiring doughing and setting time data to be furnished with product information.

X1.3.5 Investigating changes in physical properties when leachable additives, such as antibiotics, are purposefully added.

X1.3.6 To define the optimum conditions of the viscosity test methodology so that the performance standards can be established.

X1.4 It should be noted that this document contains both test methodology and performance standards. Currently, in the case of viscosity measurement, only the test methodology has been described. This methodology will serve as a basis for future performance standards.

REFERENCES

- (1) Williams, D. F., and Roaf, R., *Implants in Surgery*, W. B. Saunders Co., Ltd., London, 1973, pp 216-218.
- (2) *U.S. Pharmacopoeia*, Revision 20, Mack Publishing Co., Easton, PA, 1980, p 880.
- (3) Tordella, J. P., ed., *Transactions of the Society of Rheology*, Vol 1, 1957, p 203.
- (4) Philippoff, W., and Gaskins, F. H., eds., *Transactions of the Society of Rheology*, Vol 2, 1958, p 263.
- (5) Bagley, E. B., and Birk, A. M., eds., *Journal of Applied Physics*, Vol 31, 1960, p 556.
- (6) Rabinowitsch, R., *Zeitschrift Fuer Physikalische Chemie*, Vol A145, 1929, p 1.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.

ANEXO B

ISO 5833

INTERNATIONAL STANDARD

ISO
5833

First edition
1992-11-15

Implants for surgery — Acrylic resin cements

Implants chirurgicaux — Ciments à base de résine acrylique

Reference number
ISO 5833:1992(E)

ISO 1992(E)

Contents

	Page
1 Scope	1
2 Definition	1
3 Liquid component	1
4 Powder component	1
5 Liquid-powder mixture intended for syringe usage	1
6 Liquid-powder mixture intended for use in dough state	2
7 Set and cured cement	2
8 Packaging	2
9 Labelling	2

Annexes

A Method for determination of stability of liquid component	5
B Method for determination of doughing time of liquid-powder mixture of cement intended for dough usage	6
C Method for determination of maximum temperature and setting time of liquid-powder mixture	7
D Method for determination of intrusion of liquid-powder mixture of cement intended for dough usage	10
E Method for determination of compressive strength of cement	12
F Method for determination of bending strength and bending strength of cement	15

© ISO 1992

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

International Organization for Standardization
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Switzerland

Printed in Switzerland

ISO 5833:1992(E)

Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for voting. Publication as an International Standard requires approval by at least 75 % of the member bodies casting a vote.

International Standard ISO 5833 was prepared by Technical Committee ISO/TC 150, *Implants for surgery*, Sub-Committee SC 1, *Materials*.

This first edition of ISO 5833 cancels and replaces the first edition of ISO 5833-1, published in 1979 and the planned ISO 5833-2, of which it constitutes a minor revision.

Annexes A, B, C, D, E and F form an integral part of this International Standard.

Implants for surgery — Acrylic resin cements

1 Scope

This International Standard applies to radio-opaque and non-radio-opaque cements and specifies physical, mechanical, packaging and labelling requirements for self-curing resin cement based on poly(methacrylic acid esters), of two types intended respectively for use with a syringe or in the dough state for the fixation of internal orthopaedic prostheses and supplied as units containing pre-measured amounts of sterile powder and of sterile liquid in forms suitable for mixing at the time of implantation.

This International Standard does not cover the hazards associated with the use of the cement in respect of either the patient or the user of the cement.

All requirements apply to, and all tests are to be performed on, the sterile product.

2 Definition

For the purposes of this International Standard, the following definition applies.

2.1 unit of cement: One package or vial of sterile pre-measured powder component and one package or vial of sterile pre-measured liquid component.

3 Liquid component

3.1 Appearance

When inspected by normal or corrected vision, the liquid shall be free from particles and other contaminants.

3.2 Stability

When tested as described in annex A, the flow time of either sample of liquid shall not increase by more than 10 %.

3.3 Accuracy of contents

When measured to an accuracy of $\pm 0,1$ ml, the volume of the liquid component of each and every one of five units shall be within 5 % of that stated on the package [see 9.1 a)].

4 Powder component

4.1 Appearance

When inspected by normal or corrected vision, the powder shall be free from agglomerates and extraneous material.

4.2 Accuracy of contents

When weighed to an accuracy of $\pm 0,1$ g, the mass of the powder component of each and every one of five units shall be within 5 % of that stated on the package [see 9.1 a)].

NOTE 1 The components used for the determinations specified in 3.3 and 4.2 may be used subsequently for other tests described in this International Standard.

5 Liquid-powder mixture intended for syringe usage

When determined by the methods given in tables 1 and 2, the setting properties, and the properties of the set cement, shall comply with the values given in tables 1 and 2.

3:1992(E)

6 Liquid-powder mixture intended for use in dough state

6.1 Setting properties

When determined by the methods given in tables 1 and 2, the setting properties, and the properties of the set cement, shall comply with the values given in tables 1 and 2.

6.2 Intrusion

When determined as described in annex D, the average intrusion of at least one sample shall be not less than 2 mm.

7 Set and cured cement

Table 2 sets out the requirements and test methods for set and cured cement.

8 Packaging

Each component of the cement shall be packaged and sterilized in a double-layer sealed container and then packaged in an outer container which shall contain the accompanying documentation.

The materials of the package should not contaminate or permit contamination of the contents. The packaging should prevent damage to, or leakage of, the contents during transit and storage and should be designed so that it is easy to open and facilitates aseptic presentation of the contents.

9 Labelling

9.1 Unit package

At least the following information shall appear on the unit package of each cement unit:

- a) a description of the contents, including the mass of the powder component and the mass or volume of the liquid component, and the generic names of the constituents;
- b) the relative proportions of the powder and liquid components expressed as a mass or volume percent;
- c) the name and address of the manufacturer, and the supplier if different from the manufacturer;
- d) a statement that the contents are sterile, and a warning against the use of an opened or damaged package;
- e) a warning that the package contains flammable liquid;
- f) an instruction to store the package in the dark at below 25 °C;
- g) the batch or lot numbers of the liquid and the powder component and the expiry date of the material;
- h) the number and date of this International Standard (i.e. ISO 5833:1992).

NOTE 2 Legal requirements for labelling may apply in some countries.

Table 1 — Requirements and test methods for setting properties of liquid-powder mixtures

Mixture	Doughing time			Setting time		Maximum temperature		
	Average min	Maximum deviation from average min	Test method	Average min	Test method	Average °C	Maximum deviation from average °C	Test method
Syringe usage (see clause 5)	—	—	—	6,5 to 15	Annex C	90	± 5	Annex C
Dough state usage (see 6.1)	5 max.	1,5	Annex B	3 to 15	Annex C	90	± 5	Annex C

Table 2 — Requirements and test methods for set and cured cement

Average compressive strength		Bending modulus		Bending strength	
min. MPa	Test method	min. MPa	Test method	min. MPa	Test method
70	Annex E	1 800	Annex F	50	Annex F

9.2 Accompanying documentation

At least the following information shall appear on the accompanying documentation (see clause 8):

- a) instructions for handling the components and preparing the cement for use, including details of the equipment needed and an instruction to mix the entire contents of the packaging. The instructions shall emphasize the importance of minimizing the entrapment of air;
- b) instructions and recommendations for using the cement, including necessary precautions;
- c) a statement drawing attention to the hazardous and irritant properties associated with the

handling and use of the components and the cement;

- d) a statement that high ambient or component temperatures will decrease, and low ambient or component temperatures will increase, the doughling, working and setting times of the cement;
- e) a graphical representation of effect of temperature on the length of the phases in cement curing, prepared from experimental data on the particular brand of cement;

NOTE 3 Examples of graphs are shown in figures 1 and 2.

- f) whether the cement is intended for use with a syringe or in the dough state.

A deviation of ± 30 s on working and hardening times may occur. The optimum working temperature has been determined to be $23 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm x \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Figure 1 — Example of graph showing working data for cement intended for dough usage

A deviation of ± 30 s on working and hardening times may occur. The optimum working temperature has been determined to be around 23 °C.

Figure 2 — Example of graph showing working data for cement intended for syringe usage

Annex A (normative)

A Method for determination of stability of liquid component

NOTE 4 Other methods of equivalent accuracy and precision may be used, but the method given in this annex is the referee method in cases of dispute.

A.1 Principle

The flow time (viscosity) of the liquid component is determined before and after accelerated ageing by heating, and the increase in flow time after heating is calculated.

A.2 Apparatus

- ✓ A.2.1 Clean glass U-tube viscometer.
- ✓ A.2.2 Timing device, of accuracy ± 0.2 s.
- ✓ A.2.3 Means of heating test specimens.

A.3 Test conditions

Maintain the viscometer and the test specimens at $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ for at least 16 h before beginning the test. Perform the viscosity measurements at $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.

A.4 Procedure

A.4.1 Fill the viscometer in the usual way with the liquid component.

✓ A.4.2 Record the flow time taken for the meniscus to fall to the equilibrium level (time t_b).

✓ A.4.3 Heat an aliquot of the liquid component at $60^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ for $48\text{ h} \pm 2\text{ h}$ in the dark in a closed container; allow it to cool to $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ and to remain at this temperature for at least 16 h.

✓ A.4.4 Repeat A.4.1 and A.4.2 and record the flow time (time t_a).

✓ A.4.5 Repeat A.4.1 to A.4.4 on the liquid component of a second unit of cement.

A.5 Calculations and expression of results

Calculate the percentage change in flow time for each unit of cement using the expression:

$$\text{percentage change} = \frac{t_a - t_b}{t_b} \times 100$$

A.6 Test report

The test report shall include at least the following information:

- a) the identity (including batch or lot number) of the liquid component;
- b) the flow times before and after heating;
- c) the percentage change in flow time for each unit of cement.

ISO 5833:1992(E)

Annex B (normative)

Method for determination of doughing time of liquid-powder mixture of cement intended for dough usage

B.1 Principle

The cement is mixed and the time recorded from the beginning of mixing until the mixture is able to separate cleanly from a gloved finger.

B.2 Apparatus

B.2.1 Timing device of accuracy $\pm 0,2$ s.

B.2.2 Unpowdered latex surgical gloves.

B.2.3 Equipment as recommended by the cement manufacturer, for mixing cement.

B.3 Test conditions

Maintain the mixing equipment and the contents of the cement units at $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ and at a relative humidity (R.H.) of not less than 40 % for at least 16 h before beginning the test. Perform the test at $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ and a R.H. of not less than 40 %.

B.4 Procedure

B.4.1 Mix all the components of a single unit of cement following the manufacturer's instructions. Start the timing device when the liquid is first added to the powder.

B.4.2 After approximately 1 min, gently probe the surface of the mixture with a finger gloved with an unpowdered, non-water-rinsed latex surgical glove, and observe if fibres form between the cement and

the glove as the finger leaves the surface. Clean the glove of all adherent material.

B.4.3 Repeat the probing process at intervals of 15 s, gently mixing the cement so as to expose a fresh surface for each probing, until the gloved finger separates cleanly from the cement. Record the time at which this first occurs as the doughing time of that mixture.

B.4.4 Repeat B.4.1 to B.4.3 for a second unit of cement.

B.4.5 If the two doughing times differ by more than 30 s, repeat B.4.1 to B.4.3 for a further two units of cement.

B.5 Calculation and expression of results

Calculate the average doughing time of the two or four determinations made. Round the result to the nearest 15 s and express this as the average doughing time.

B.6 Test report

The test report shall include at least the following information:

- a) the identity (including batch or lot number) of the cement;
- b) the average doughing time;
- c) the minimum and maximum doughing times.

Annex C (normative)

Method for determination of maximum temperature and setting time of liquid-power mixture

C.1 Principle

The exothermic reaction occurring when the powder and liquid components are mixed is monitored and the maximum temperature attained by the bulk is recorded. The setting time is taken as the time taken to reach a temperature midway between ambient and maximum.

C.2 Apparatus

C.2.1 Mould and plunger of dimensions shown in figure C.1, made of polytetrafluoroethylene, poly(ethylene terephthalate), polyoxymethylene, or high density polyethylene, equipped with a thermocouple of wire diameter approximately 0,5 mm, positioned with its junction $2 \pm 0,5$ mm above the internal surface of the mould base.

C.2.2 Device capable of converting the thermocouple output signal into temperature readings and making a continuous record of temperature, the thermocouple and converting device having an accuracy of $\pm 0,5$ °C.

C.2.3 C-clamp or other device for clamping the plunger and mould together.

C.2.4 Timing device of accuracy $\pm 0,2$ s.

C.2.5 Equipment as recommended by the cement manufacturer, for mixing the cement.

C.2.6 Thermometer.

C.3 Test conditions

Maintain the mixing and test equipment and the contents of the cement unit at 23 ± 1 °C and at a R.H. of not less than 40 % for at least 16 h before beginning the test. Perform the test at 23 ± 1 °C and at a R.H. of not less than 40 %.

C.4 Procedure

C.4.1 Record the ambient temperature.

C.4.2 Mix all the components of a single unit of cement following the manufacturer's instructions.

C.4.3 Start the timing device as soon as the powder and liquid come into contact.

C.4.4 For cements intended for dough usage, determine when the doughing time of the mixture has been reached by means of the procedure given in B.4.2 and B.4.3. Within 1 min after this time, gently pack approximately 25 g of cement into the mould, seat the plunger and trim off any cement expelled from the mould. For cements intended for syringe usage, fill the mould from the syringe and proceed as for dough usage cements.

C.4.5 Continue the temperature measurement until shortly after the temperature begins to fall.

C.4.6 Repeat C.4.2 to C.4.5 for a second unit of cement.

C.4.7 If the two maximum temperatures (see C.5.1) differ by more than 10 °C, or the setting times (see C.5.2) differ by more than 1 min, repeat C.4.1 to C.4.5 for a further two units of cement.

C.5 Calculation and expression of results

C.5.1 Maximum temperature

C.5.1.1 For each unit of cement, plot the recorded temperatures against time and record the highest temperature attained to the nearest 1 °C as the maximum temperature for the sample.

C.5.1.2 Calculate the average value for the two or four determinations. Round the result to the nearest 1 °C (rounding values of 0,5 °C upwards) and record this as the maximum temperature.

NOTE 5 An example of a plot is shown in figure C.2.

5.2 Setting time

5.2.1 For each unit of cement, determine from the test made in C.5.1 the setting time, T , measured from the beginning of mixing until the temperature of the polymerizing mass reaches

$$\frac{T_{\max} + T_{\text{amb}}}{2} = T_{\text{amb}} + \left(\frac{T_{\max} - T_{\text{amb}}}{2} \right)$$

where

T_{amb} is the recorded ambient temperature (see C.4.1);

$T_{\max}$ is the highest temperature attained.

Material for all components: polytetrafluoroethylene, poly(ethylene terephthalate), polyoxymethylene, or high density polyethylene.

All dimensions $\pm 0,2$ unless otherwise specified.

Figure C.1 — Mould for determination of maximum temperature and setting time

IS 583:19

2

Figure C.2 — Typical curve for determination of maximum temperature and setting time

C.5.2.2 Record the value of T to the nearest 5 s. Calculate the average value of T for the two or four determinations. Round the result to the nearest 15 s, and express this as the setting time.

C.6 Test report

The test report shall include at least the following information:

- the identity (including batch or lot numbers) of the cement;
- the average maximum temperature;
- the individual maximum temperatures;
- the average setting time;
- the individual setting times.

ISO 9000:1992(E)

Annex D (normative)

Method for determination of intrusion of liquid-powder mixture of cement intended for dough usage

D.1 Principle

The cement is mixed and compressed in a mould having a perforated bottom face. After the cement has set, the extent of intrusion of the cement into the perforations is measured.

D.2 Apparatus

D.2.1 Mould and plunger of dimensions shown in figure D.1, made of polytetrafluoroethylene, poly(ethylene terephthalate), polyoxymethylene or high density polyethylene.

D.2.2 Means of applying a compressive force to the mould.

D.2.3 Means of measuring the extent of intrusion to an accuracy of $\pm 0,5$ mm.

D.2.4 Equipment as recommended by the cement manufacturer, for mixing the cement.

D.3 Test conditions

Maintain the mixing and test equipment and the contents of the cement units at $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, for at least 16 h before beginning the test. Perform the test at $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

D.4 Procedure

D.4.1 Mix all the components of a single unit of cement, following the manufacturer's instructions.

D.4.2 By means of the procedure given in B.4.2 and B.4.3, determine when the doughing time of the mixture has been reached. Immediately pack the mixture gently into the mould and insert the plunger.

D.4.3 $1\text{ min} \pm 10\text{ s}$ after doughing time was reached, apply a force of 49 N to the plunger for a period of $1\text{ min} \pm 2\text{ s}$. Remove the force and allow the cement to set.

D.4.4 Remove the set cement from the mould and measure the extent of intrusion of the cement into each of the four holes in the mould. Calculate the average of the four values to the nearest 0,5 mm.

D.4.5 If the average intrusion is less than 2 mm, repeat D.4.1 to D.4.4 for a second unit of cement.

D.5 Test report

The test report shall include at least the following information:

- a) the identity (including batch or lot numbers) of the cement;
- b) the average intrusion for each sample tested.

ISO 10000-1000(E)

Dimensions in millimetres

Tolerances on all dimensions: ± 0.2 unless otherwise specified.

Material for all components: polytetrafluoroethylene, poly(ethylene terephthalate), polyoxymethylene or high density polyethylene.

Figure D.1 — Mould for determination of intrusion

Annex E (normative)

Method for determination of compressive strength of cement

E.1 Principle

The cement is mixed and cylinders of cement are cast. The compressive strength of the cylinders is then determined.

E.2 Apparatus

E.2.1 Mould, end plates and removal rod of dimensions shown in figure E.1, made of stainless steel, or other device for producing cylinders of cement of appropriate dimensions.

E.2.2 C-clamp or other device for clamping the mould and end plates together.

E.2.3 240-mesh silicon carbide grinding abrasive and a flat plate.

E.2.4 Mould release agent (optional).

E.2.5 Equipment as recommended by the cement manufacturer, for mixing the cement.

E.2.6 Test machine capable of applying and measuring a compressive force of at least 4 kN, equipped to record load versus deformation.

E.3 Test conditions

Maintain the mixing and test equipment at $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, for at least 16 h before beginning the test. Perform the test at $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

E.4 Procedure

E.4.1 If required, lightly coat the interior faces of the mould and the inward faces of the end plates with mould release agent.

E.4.2 Place the mould on one end plate.

E.4.3 Mix all the components of a single unit of cement, following the manufacturer's instructions.

E.4.4 For cements intended for dough usage, determine when the doughing time of the mixture has been reached by means of the procedure given in B.4.2 and B.4.3. Within 1 min after this time, slightly overfill each of the cavities of the mould with mixture and place the second end plate on top of the mould. For cements intended for syringe usage, fill the cavities from the syringe and proceed as for dough usage cements.

E.4.5 Clamp the end plates and the mould together and allow the cement to set. After approximately 1 h remove the clamp and end plates.

E.4.6 If using the mould shown in figure E.1, grind both of the ends of the cement cylinders plane with the faces of the mould by drawing the mould back and forth across a plate coated with silicone carbide abrasive and water. Remove the cement cylinders from the mould by means of the removal rod.

E.4.7 If using another type of mould, grind the cement cylinders so as to produce right cylinders of length $12\text{ mm} \pm 0,1\text{ mm}$ and diameter $6\text{ mm} \pm 0,1\text{ mm}$.

E.4.8 Maintain the cylinders at $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

E.4.9 At a time $24\text{ h} \pm 2\text{ h}$ after the mixing of the cement was begun, measure the average diameter of each test piece, taking the measurements in two perpendicular directions at at least two sections. Place a cylinder in the test machine, without any type of pad between the cylinder and the platen of the test machine. Operate the test machine to produce a curve of deformation against load, using a constant cross-head speed in the range 20 mm/min to 25,4 mm/min. Stop the machine when the cylinder fractures or when the upper yield point has been passed.

NOTE 6 An example of an idealized load deformation curve is shown in figure E.2.

E.4.10 Repeat E.4.9 for each of the cylinders.

E.5 Calculation and expression of results

For each cylinder, record the force applied to cause fracture, or the 2 % offset load or the upper yield point load, whichever occurred first. Divide this force by the original cross-sectional area of the cylinder and express the quotient as the compressive strength in megapascals. Calculate the average compressive strength of the five cylinders.

E.6 Test report

The test report shall include at least the following information:

- identity (including batch or lot numbers) of the cement;
- the average compressive strength in megapascals and the standard deviation.

Dimensions in millimetres

a) Perforated plate

c) End plate (2x)

b) Mould and end plates in clamp

d) Removal rod

Tolerance on all dimensions: $\pm 0,2$ unless otherwise specified.

Figure E.1 — Mould for preparing compressive strength test specimens

SO 5833:1992(E)

Figure E.2 — Idealized load/deformation curve for cement

Annex F (normative)

Method for determination of bending modulus and bending strength of cement

F.1 Principle

The cement is mixed and test strips are prepared. The bending modulus and bending strength of the strips are determined by means of a four-point bend test.

F.2 Apparatus

F.2.1 Bend test machine having a cross-head speed of $5 \text{ mm/min} \pm 1 \text{ mm/min}$, equipped with a device for measuring and recording the deflection of the centre of the specimen to an accuracy of $\pm 0,05 \text{ mm}$.

F.2.2 Four-point bend test rig having the dimensions shown in figure F.1, with means to prevent misalignment of the test specimen on the supports.

F.2.3 Water bath capable of being controlled at $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.

F.2.4 Six moulds made of polytetrafluoroethylene, poly(ethylene terephthalate), polyoxymethylene or high density polyethylene, having a cavity of approximately 75 mm length, 10 mm width and 3,3 mm depth, or one mould having six such cavities, or one mould of 75 mm length, 90 mm width and 3,3 mm depth.

F.2.5 Flat, smooth plates (two for each mould) made of the materials listed in F.2.4, of size sufficient to cover completely the upper and lower surfaces of the mould(s) described in F.2.4.

F.2.6 Polyester film.

F.2.7 C-clamp(s) or other device(s) for clamping the mould(s) between the top and bottom plates.

F.2.8 Equipment as recommended by the cement manufacturer, for mixing cement.

F.3 Test conditions

Maintain the mould(s), plates, mixing equipment and the contents of the cement unit at $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ for at least 16 h before casting the test strip(s). Cast the test strip(s) at $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.

F.4 Procedure

F.4.1 Cover the bottom plate(s) of the mould(s) with polyester film. Place the mould(s) on top of the plate(s).

F.4.2 Mix all the components of a single unit of cement, following the manufacturer's instructions.

F.4.3 For cements intended for dough usage, determine when the doughing time of the mixture has been reached by means of the procedure given in B.4.2 and B.4.3. Within 1 min after this time, gently pack the mixture into the mould(s), add a layer of polyester film, add the top plate(s) and clamp the top and bottom plates to the mould(s). For cements intended for syringe use, fill the moulds from the syringe and proceed as for dough usage cements.

F.4.4 After approximately 1 h remove the clamp, the top and bottom plates and the polyester film.

F.4.5 If a single large strip has been produced, prepare test strip 75 mm long and 10 mm wide from the large strip by sawing length-wise, using a diamond blade and water cooling.

Take care to avoid over-heating the test strips. Wet grind the edges and top faces of the strips with 400 grade emery paper to the required breadth and thickness. Denote the unground bottom face as it is to be used as the tensile face during bending.

If single test strips are prepared in individual mould cavities, remove the strips from their moulds. Immerse all strips in water at $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ for $50 \text{ h} \pm 2 \text{ h}$.

F.4.6 Remove one test strip from the water bath, measure its thickness and width to an accuracy of $\pm 0,1 \text{ mm}$ taking readings at at least three cross-sections of the strip and place it symmetrically in the four-point bend test rig.

F.4.7 By means of the bend test machine, immediately increase the force on the central loading plunger from zero using a cross-head speed of $5 \text{ mm/min} \pm 1 \text{ mm/min}$, recording the deflection of the strip as a function of the applied force. Continue to increase the force until the test strip breaks.

ISO 5833:1992(E)

F.4.8 Record the deflection occurring at applied forces of 15 N and 50 N to the nearest 0,05 mm. Record the force at break to the nearest 0,5 N.

F.4.9 Repeat F.4.6 to F.4.8 for each of the five remaining test strips.

F.5 Calculation and expression of results

F.5.1 Bending modulus

For each test strip, calculate the bending modulus, E , in megapascals, from the expression:

$$E = \frac{\Delta F a}{4bh^3} \times (3l^2 - 4a^2)$$

where

f is the difference between the deflections under the loads of 15 N and 50 N, in millimetres;

b is the average measured width of strip in millimetres;

h is the average measured thickness of strip in millimetres;

l is the distance between outer loading points (60 mm);

ΔF is the load range (50 N – 15 N = 35 N);

a is the distance between the inner and outer loading points (20 mm).

Calculate the average value of bending modulus for the six test specimens expressed in megapascals and the standard deviation.

Dimensions in millimetres

A = Central loading plunger

B = Inner loading points

C = Test strip

D = Device for measuring deflection (dial gauge or any other device)

E = Outer loading points

l is the distance between outer loading points (60 mm) –

a is the distance between outer and inner loading points (20 mm ± 1 mm) –

deflection -

Figure F.1 — Four-point bend test rig

503-107(E)

F.5.2 Bending strength

For each test strip, calculate the bending strength, B , in megapascals, from the expression:

$$B = \frac{3Fa}{bh^2}$$

where

- F is the force at break in newtons;
- b is the average measured width of strip in millimetres;
- h is the average measured thickness of strip in millimetres;
- a is the distance between the inner and outer loading points (20 mm).

Calculate the average value of the bending strength for the six test specimens expressed in megapascals and the standard deviation.

F.6 Test report

The test report shall include at least the following information:

- a) identity (including batch or lot numbers) of the cement;
- b) the average of the values of bending modulus for the six test specimens expressed in megapascals and the standard deviation;
- c) the average of the values of bending strength for the six test specimens expressed in megapascals and the standard deviation.

ANEXO C

FICHA DE DADOS DOS CORPOS DE PROVA

IDENTIFICAÇÃO			
Número corpinho:		Marca do cimento:	
Número partida:		Número lote:	
Data fabricação:		Esterilização:	
Tipo de cimento:		Data do teste:	
MEDIDAS			
Altura:	Diâmetro		
			0
INSPEÇÃO VISUAL			
Presença bolhas:		Número bolhas:	
Localização bolhas:			
PADRONIZAÇÃO			
Pré-carga: 200 kg (5 kg)		Tempo acomodação: 30 segundos	
Célula de carga: 500 kg		2ª Marcha	Velocidade = 0,1
Deformação (mm)	Valor lido	(C. aplic/40)*9,8	Tensão= F/A
0,00			
0,05			
0,10			
0,15			
0,20			
0,25			
0,30			
0,35			
0,40			
0,45			
0,50			
0,55			
0,60			
0,65			
0,70			
0,75			
0,80			
0,85			
0,90			
0,95			
1,00			
1,05			
1,10			

ANEXO D

DADOS DOS CORPOS DE PROVA DO GRUPO 1M

	1	2	3	4	5	6
0,00	1,49E+00	1,63E+00	1,61E+00	1,39E+06	1,51E+06	1,54E+06
0,05	3,79E+00	6,06E+00	9,62E+00	4,43E+06	4,93E+06	4,76E+06
0,10	7,18E+00	1,09E+01	1,60E+01	8,70E+06	9,31E+06	9,32E+06
0,15	1,17E+01	1,81E+01	2,27E+01	1,46E+07	1,54E+07	1,60E+07
0,20	1,65E+01	2,38E+01	2,95E+01	2,02E+07	2,13E+07	2,24E+07
0,25	2,22E+01	2,92E+01	3,55E+01	2,61E+07	2,75E+07	2,93E+07
0,30	2,74E+01	3,58E+01	4,03E+01	3,10E+07	3,29E+07	3,50E+07
0,35	3,23E+01	4,14E+01	4,48E+01	3,70E+07	3,69E+07	4,03E+07
0,40	3,66E+01	4,60E+01	4,85E+01	4,20E+07	4,11E+07	4,41E+07
0,45	4,15E+01	4,91E+01	5,10E+01	4,72E+07	4,46E+07	4,72E+07
0,50	4,59E+01	5,13E+01	5,25E+01	5,08E+07	4,70E+07	4,96E+07
0,55	4,88E+01	5,26E+01	5,32E+01	5,43E+07	4,83E+07	5,18E+07
0,60	5,15E+01	5,33E+01	5,35E+01	5,67E+07	4,90E+07	5,31E+07
0,65	5,32E+01	5,35E+01	5,36E+01	5,82E+07	4,95E+07	5,39E+07
0,70	5,45E+01	5,36E+01	5,35E+01	5,96E+07	4,97E+07	5,45E+07
0,75	5,53E+01	5,34E+01	5,34E+01	6,02E+07	4,99E+07	5,48E+07
0,80	5,59E+01	5,33E+01	5,33E+01	6,04E+07	4,99E+07	5,51E+07
0,85	5,62E+01	5,33E+01	5,32E+01	6,05E+07	4,99E+07	5,53E+07
0,90	5,63E+01	5,33E+01	5,32E+01	6,04E+07	4,99E+07	5,55E+07
0,95	5,65E+01	5,32E+01	5,33E+01	6,04E+07	4,99E+07	5,56E+07
1,00	5,67E+01	5,32E+01	5,34E+01	6,01E+07	5,00E+07	5,57E+07
1,05	5,69E+01		5,36E+01	6,00E+07	5,01E+07	5,58E+07
1,10	5,73E+01		5,38E+01			
1,15						
1,20						
1,25						

Continua

Continuação do Anexo D

7	8	9	10	11	12
1,48E+06	1,66E+06	1,64E+06	1,54E+06	1,62E+06	1,55E+06
4,32E+06	6,15E+06	1,20E+07	5,75E+06	4,24E+06	5,68E+06
8,77E+06	1,12E+07	1,65E+07	9,28E+06	8,00E+06	1,07E+07
1,62E+07	1,77E+07	2,22E+07	1,26E+07	1,41E+07	1,68E+07
2,14E+07	2,46E+07	2,86E+07	1,84E+07	1,96E+07	2,34E+07
2,82E+07	3,06E+07	3,32E+07	2,51E+07	2,58E+07	2,99E+07
3,36E+07	3,63E+07	3,76E+07	3,13E+07	3,09E+07	3,57E+07
3,88E+07	4,36E+07	4,14E+07	3,66E+07	3,68E+07	4,13E+07
4,30E+07	4,69E+07	4,45E+07	4,12E+07	4,13E+07	4,62E+07
4,72E+07	5,21E+07	4,70E+07	4,65E+07	4,45E+07	5,06E+07
5,06E+07	5,41E+07	4,85E+07	5,09E+07	4,92E+07	5,38E+07
5,31E+07	5,53E+07	4,92E+07	5,42E+07	5,21E+07	5,59E+07
5,45E+07	5,60E+07	4,96E+07	5,66E+07	5,44E+07	5,72E+07
5,58E+07	5,63E+07	4,97E+07	5,81E+07	5,56E+07	5,80E+07
5,67E+07	5,63E+07	4,99E+07	5,88E+07	5,63E+07	5,75E+07
5,73E+07	5,63E+07	5,02E+07	5,91E+07	5,67E+07	5,83E+07
5,79E+07	5,63E+07	5,06E+07	5,91E+07	5,70E+07	5,81E+07
5,83E+07	5,62E+07	5,09E+07	5,89E+07	5,71E+07	5,79E+07
5,85E+07	5,63E+07	5,12E+07	5,88E+07	5,70E+07	5,78E+07
5,89E+07	5,64E+07	5,17E+07	5,87E+07	5,69E+07	5,77E+07
5,92E+07		5,20E+07	5,88E+07	5,70E+07	5,75E+07
5,96E+07		5,25E+07	5,89E+07		5,76E+07
6,00E+07		5,29E+07			5,77E+07
		5,34E+07			
		5,38E+07			
		5,42E+07			

Continua

Continuação do Anexo D

13	14	15	16	17	18
1,55E+06	1,68E+06	1,62E+06	1,43E+06	1,48E+06	1,33E+06
4,92E+06	5,15E+06	3,70E+06	5,83E+06	3,92E+06	3,37E+06
8,95E+06	1,02E+07	7,22E+06	9,06E+06	5,95E+06	6,33E+06
1,40E+07	1,61E+07	1,17E+07	1,45E+07	1,01E+07	1,00E+07
1,95E+07	2,14E+07	1,62E+07	1,98E+07	1,56E+07	1,41E+07
2,53E+07	2,79E+07	2,13E+07	2,62E+07	2,15E+07	1,92E+07
3,09E+07	3,33E+07	2,58E+07	3,28E+07	2,74E+07	2,46E+07
3,73E+07	3,77E+07	3,10E+07	3,66E+07	3,27E+07	2,99E+07
4,34E+07	4,31E+07	3,53E+07	4,03E+07	3,85E+07	3,42E+07
4,83E+07	4,69E+07	4,03E+07	4,40E+07	4,33E+07	3,87E+07
5,21E+07	4,99E+07	4,47E+07	4,65E+07	4,76E+07	4,19E+07
5,53E+07	5,20E+07	4,81E+07	4,79E+07	5,16E+07	4,49E+07
5,73E+07	5,35E+07	5,14E+07	4,84E+07	5,52E+07	4,74E+07
5,86E+07	5,44E+07	5,35E+07	4,83E+07	5,78E+07	4,91E+07
5,95E+07	5,50E+07	5,49E+07	4,80E+07	5,94E+07	5,03E+07
5,99E+07	5,53E+07	5,58E+07	4,77E+07	6,02E+07	5,14E+07
5,99E+07	5,55E+07	5,63E+07	4,75E+07	6,06E+07	5,22E+07
5,98E+07	5,56E+07	5,65E+07	4,73E+07	6,08E+07	5,27E+07
5,97E+07	5,57E+07	5,65E+07	4,72E+07	6,07E+07	5,30E+07
5,95E+07	5,58E+07	5,66E+07	4,70E+07	6,05E+07	5,35E+07
5,93E+07	5,60E+07	5,66E+07	4,70E+07	6,04E+07	5,38E+07
	5,53E+07	5,66E+07	4,70E+07	6,03E+07	5,41E+07
		5,68E+07			5,45E+07
					5,50E+07
					5,54E+07

Continua

Continuação do Anexo D

19	20	21	22	23	24
1,61E+06	1,56E+06	1,48E+06	1,58E+06	1,48E+06	1,45E+06
7,00E+06	4,24E+06	6,69E+06	4,55E+06	4,32E+06	4,30E+06
1,29E+07	8,74E+06	1,12E+07	9,11E+06	8,24E+06	7,51E+06
2,03E+07	1,59E+07	1,80E+07	1,40E+07	1,31E+07	1,13E+07
2,72E+07	2,28E+07	2,45E+07	1,98E+07	1,84E+07	1,58E+07
3,35E+07	2,94E+07	3,09E+07	2,64E+07	2,36E+07	2,02E+07
3,89E+07	3,57E+07	3,61E+07	3,22E+07	2,91E+07	2,45E+07
4,38E+07	4,11E+07	4,04E+07	3,71E+07	3,42E+07	2,94E+07
4,77E+07	4,82E+07	4,45E+07	4,18E+07	3,87E+07	3,42E+07
5,07E+07	5,06E+07	4,75E+07	4,56E+07	4,33E+07	3,92E+07
5,34E+07	5,28E+07	4,95E+07	4,93E+07	4,80E+07	4,33E+07
5,51E+07	5,46E+07	5,05E+07	5,20E+07	5,19E+07	4,71E+07
5,61E+07	5,53E+07	5,10E+07	5,38E+07	5,43E+07	4,97E+07
5,65E+07	5,57E+07	5,12E+07	5,52E+07	5,64E+07	5,21E+07
5,67E+07	5,58E+07	5,13E+07	5,58E+07	5,75E+07	5,41E+07
5,66E+07	5,58E+07	5,13E+07	5,62E+07	5,83E+07	5,55E+07
5,65E+07	5,57E+07	5,14E+07	5,64E+07	5,86E+07	5,65E+07
5,65E+07	5,57E+07	5,14E+07	5,66E+07	5,87E+07	5,70E+07
5,65E+07	5,58E+07	5,15E+07	5,67E+07	5,86E+07	5,73E+07
5,64E+07	5,60E+07	5,15E+07	5,67E+07	5,85E+07	5,75E+07
5,64E+07	5,62E+07	5,16E+07	5,69E+07	5,84E+07	5,74E+07
			5,70E+07		5,74E+07
					5,74E+07
					5,74E+07

Continua

Continuação do Anexo D

25	26	27	28	29	30
1,49E+06	1,60E+06	1,62E+06	1,30E+06	1,46E+06	1,47E+06
4,54E+06	3,89E+06	4,96E+06	3,50E+06	4,93E+06	4,62E+06
7,32E+06	6,93E+06	8,35E+06	5,58E+06	9,47E+06	7,90E+06
1,11E+07	1,07E+07	1,30E+07	9,18E+06	1,53E+07	1,29E+07
1,54E+07	1,53E+07	1,83E+07	1,37E+07	2,20E+07	1,74E+07
1,90E+07	1,98E+07	2,41E+07	1,84E+07	2,83E+07	2,23E+07
2,23E+07	2,43E+07	2,93E+07	2,33E+07	3,42E+07	2,68E+07
2,67E+07	2,87E+07	3,44E+07	2,85E+07	3,94E+07	3,15E+07
3,02E+07	3,28E+07	3,98E+07	3,36E+07	4,39E+07	3,58E+07
3,37E+07	3,66E+07	4,57E+07	3,88E+07	4,85E+07	4,02E+07
3,71E+07	4,06E+07	4,93E+07	4,30E+07	5,16E+07	4,42E+07
4,04E+07	4,40E+07	5,30E+07	4,71E+07	5,41E+07	4,96E+07
4,24E+07	4,73E+07	5,61E+07	5,01E+07	5,60E+07	5,28E+07
4,43E+07	5,08E+07	5,83E+07	5,25E+07	5,69E+07	5,55E+07
4,56E+07	5,32E+07	5,99E+07	5,42E+07	5,74E+07	5,74E+07
4,67E+07	5,52E+07	6,12E+07	5,54E+07	5,76E+07	5,89E+07
4,77E+07	5,65E+07	6,19E+07	5,60E+07	5,76E+07	5,98E+07
4,83E+07	5,76E+07	6,24E+07	5,62E+07	5,76E+07	6,02E+07
4,89E+07	5,83E+07	6,26E+07	5,62E+07	5,72E+07	6,03E+07
4,93E+07	5,87E+07	6,27E+07	5,62E+07	5,71E+07	6,02E+07
4,97E+07	5,89E+07	6,30E+07	5,60E+07	5,69E+07	6,01E+07
5,00E+07	5,90E+07	6,22E+07			6,00E+07
5,02E+07	5,90E+07	6,24E+07			5,99E+07
5,04E+07	5,92E+07				
5,05E+07					

Continua

Continuação do Anexo D

31	32	33	34	35	36
1,53E+06	1,44E+06	1,51E+06	1,72E+06	1,55E+06	1,52E+06
4,80E+06	2,95E+06	6,22E+06	5,41E+06	4,47E+06	4,78E+06
8,72E+06	5,20E+06	1,25E+07	1,09E+07	8,71E+06	7,75E+06
1,47E+07	8,76E+06	1,93E+07	1,75E+07	1,40E+07	1,22E+07
2,08E+07	1,33E+07	2,58E+07	2,38E+07	1,91E+07	1,85E+07
2,63E+07	1,85E+07	3,21E+07	2,95E+07	2,54E+07	2,42E+07
3,17E+07	2,39E+07	3,74E+07	3,46E+07	3,41E+07	3,00E+07
3,68E+07	2,88E+07	4,20E+07	3,84E+07	3,83E+07	3,52E+07
4,09E+07	3,34E+07	4,57E+07	4,21E+07	4,22E+07	4,02E+07
4,45E+07	3,77E+07	4,91E+07	4,49E+07	4,51E+07	4,50E+07
4,75E+07	4,13E+07	5,13E+07	4,65E+07	4,71E+07	4,92E+07
4,98E+07	4,58E+07	5,27E+07	4,77E+07	4,87E+07	5,29E+07
5,12E+07	4,75E+07	5,34E+07	4,83E+07	4,98E+07	5,54E+07
5,20E+07	5,00E+07	5,35E+07	4,88E+07	5,07E+07	5,72E+07
5,26E+07	5,20E+07	5,35E+07	4,91E+07	5,15E+07	5,83E+07
5,32E+07	5,33E+07	5,33E+07	4,94E+07	5,20E+07	5,89E+07
5,37E+07	5,42E+07	5,31E+07	4,96E+07	5,24E+07	5,91E+07
5,42E+07	5,54E+07	5,30E+07	4,97E+07	5,26E+07	5,93E+07
5,46E+07	5,62E+07	5,30E+07	5,00E+07	5,29E+07	5,92E+07
5,49E+07	5,69E+07	5,30E+07	5,01E+07	5,31E+07	5,91E+07
5,53E+07	5,75E+07	5,30E+07	5,04E+07	5,33E+07	5,90E+07
5,57E+07	5,80E+07		5,07E+07	5,35E+07	
5,62E+07	5,87E+07			5,37E+07	
5,65E+07	5,94E+07				
	5,99E+07				
	6,04E+07				

Continua

Continuação do Anexo D

37	38	39	40	41	42
1,65E+06	1,67E+06	1,55E+06	1,63E+06	1,36E+06	1,54E+06
4,84E+06	4,23E+06	4,91E+06	5,69E+06	5,21E+06	4,44E+06
8,84E+06	7,59E+06	8,83E+06	1,10E+07	9,63E+06	8,20E+06
1,30E+07	1,23E+07	1,49E+07	1,84E+07	1,49E+07	1,35E+07
1,84E+07	1,74E+07	2,17E+07	2,56E+07	2,00E+07	1,95E+07
2,50E+07	2,35E+07	2,81E+07	3,25E+07	2,57E+07	2,50E+07
3,13E+07	2,90E+07	3,39E+07	3,82E+07	3,16E+07	3,10E+07
3,71E+07	3,38E+07	3,93E+07	4,31E+07	3,66E+07	3,59E+07
4,22E+07	3,92E+07	4,44E+07	4,73E+07	4,13E+07	3,94E+07
4,76E+07	4,41E+07	4,87E+07	5,04E+07	4,57E+07	4,34E+07
5,16E+07	4,80E+07	5,20E+07	5,31E+07	5,00E+07	4,63E+07
5,44E+07	5,09E+07	5,40E+07	5,45E+07	5,37E+07	4,86E+07
5,65E+07	5,31E+07	5,54E+07	5,51E+07	5,58E+07	5,00E+07
5,79E+07	5,50E+07	5,62E+07	5,54E+07	5,75E+07	5,10E+07
5,85E+07	5,63E+07	5,67E+07	5,53E+07	5,85E+07	5,15E+07
5,89E+07	5,72E+07	5,70E+07	5,52E+07	5,90E+07	5,19E+07
5,90E+07	5,79E+07	5,73E+07	5,55E+07	5,93E+07	5,21E+07
5,89E+07	5,85E+07	5,74E+07	5,58E+07	5,94E+07	5,22E+07
5,89E+07	5,89E+07	5,76E+07	5,62E+07	5,94E+07	5,23E+07
5,89E+07	5,91E+07	5,79E+07	5,66E+07	5,94E+07	5,23E+07
5,90E+07	5,94E+07	5,83E+07	5,70E+07	5,94E+07	5,24E+07
5,91E+07	5,97E+07	5,87E+07	5,73E+07	5,95E+07	
5,95E+07	5,99E+07	5,93E+07	5,77E+07		
5,96E+07	6,01E+07	5,97E+07			
	6,02E+07	6,00E+07			
	6,05E+07	6,05E+07			

Continua

Continuação do Anexo D

43	44	45	46	47	Mediana
1,63E+06	1,52E+06	1,60E+06	1,55E+06	1,45E+06	1536,12
4,74E+06	3,66E+06	3,86E+06	3,63E+06	3,33E+06	4545,35
8,72E+06	7,65E+06	8,35E+06	6,72E+06	5,69E+06	8708,13
1,50E+07	1,28E+07	1,48E+07	1,12E+07	8,86E+06	14001,74
2,13E+07	1,91E+07	2,17E+07	1,54E+07	1,28E+07	19539,43
2,78E+07	2,35E+07	2,72E+07	2,08E+07	1,73E+07	25367,47
3,36E+07	2,73E+07	3,29E+07	2,57E+07	2,20E+07	31148,45
3,90E+07	3,11E+07	3,82E+07	3,07E+07	2,71E+07	36706,02
4,43E+07	3,50E+07	4,31E+07	3,57E+07	3,18E+07	41152,18
4,89E+07	3,83E+07	4,78E+07	4,16E+07	3,73E+07	44970,51
5,26E+07	4,08E+07	5,12E+07	4,48E+07	4,15E+07	48239,72
5,48E+07	4,22E+07	5,37E+07	4,87E+07	4,55E+07	51264,41
5,63E+07	4,47E+07	5,62E+07	5,15E+07	4,84E+07	53106,62
5,72E+07	4,61E+07	5,72E+07	5,41E+07	5,10E+07	54243,72
5,77E+07	4,73E+07	5,80E+07	5,59E+07	5,32E+07	55121,14
5,79E+07	4,82E+07	5,86E+07	5,73E+07	5,48E+07	55641,82
5,78E+07	4,89E+07	5,90E+07	5,84E+07	5,59E+07	56274,99
5,79E+07	4,95E+07	5,91E+07	5,91E+07	5,66E+07	56528,30
5,77E+07	5,01E+07	5,92E+07	5,96E+07	5,72E+07	56502,26
5,77E+07	5,05E+07	5,93E+07	5,98E+07	5,75E+07	56671,58
5,76E+07	5,09E+07	5,94E+07	5,99E+07	5,76E+07	56938,28
5,76E+07	5,14E+07	5,94E+07	6,01E+07	5,78E+07	57444,14
5,76E+07	5,22E+07	5,96E+07	6,01E+07	5,78E+07	57663,76
			6,00E+07	5,79E+07	57919,25
			6,03E+07		57653,55
			6,04E+07		60401,57

ANEXO E

DADOS DOS CORPOS DE PROVA DO GRUPO 1V

	1	2	3	4	5	6
0,00	1,38E+06	1,44E+06	1,31E+06	1,55E+06	1,45E+06	1,47E+06
0,05	5,83E+06	5,12E+06	7,55E+06	5,25E+06	5,89E+06	4,70E+06
0,10	1,16E+07	8,74E+06	1,21E+07	1,02E+07	1,11E+07	8,70E+06
0,15	1,86E+07	1,30E+07	1,65E+07	1,57E+07	1,73E+07	1,37E+07
0,20	2,52E+07	1,77E+07	2,18E+07	2,27E+07	2,42E+07	1,97E+07
0,25	3,14E+07	2,34E+07	2,74E+07	2,67E+07	2,97E+07	2,52E+07
0,30	3,67E+07	2,88E+07	3,29E+07	3,64E+07	3,49E+07	3,13E+07
0,35	4,08E+07	3,38E+07	3,79E+07	4,05E+07	3,89E+07	3,64E+07
0,40	4,51E+07	3,85E+07	4,17E+07	4,39E+07	4,23E+07	4,10E+07
0,45	4,80E+07	4,25E+07	4,51E+07	4,75E+07	4,56E+07	4,48E+07
0,50	5,01E+07	4,57E+07	4,80E+07	5,01E+07	4,77E+07	4,80E+07
0,55	5,21E+07	4,82E+07	5,01E+07	5,24E+07	4,93E+07	5,07E+07
0,60	5,32E+07	5,04E+07	5,16E+07	5,40E+07	5,05E+07	5,30E+07
0,65	5,38E+07	5,18E+07	5,27E+07	5,52E+07	5,12E+07	5,44E+07
0,70	5,41E+07	5,29E+07	5,35E+07	5,60E+07	5,17E+07	5,55E+07
0,75	5,42E+07	5,37E+07	5,39E+07	5,64E+07	5,18E+07	5,64E+07
0,80	5,42E+07	5,42E+07	5,42E+07	5,66E+07	5,18E+07	5,70E+07
0,85	5,43E+07	5,44E+07	5,42E+07	5,66E+07	5,18E+07	5,74E+07
0,90	5,42E+07	5,46E+07	5,43E+07	5,66E+07	5,19E+07	5,76E+07
0,95	5,41E+07	5,46E+07	5,43E+07	5,65E+07	5,19E+07	5,77E+07
1,00	5,41E+07	5,46E+07	5,44E+07	5,66E+07	5,19E+07	5,77E+07
1,05	5,42E+07	5,46E+07	5,45E+07	5,67E+07	5,19E+07	5,78E+07
1,10	5,42E+07	5,46E+07			5,19E+07	5,79E+07

Continua

Continuação do Anexo E

7	8	9	10	11	12
1,62E+06	1,62E+06	1,48E+06	1,55E+06	1,53E+06	1,57E+06
5,15E+06	4,43E+06	3,96E+06	4,86E+06	4,42E+06	5,47E+06
9,79E+06	8,50E+06	7,16E+06	9,40E+06	9,04E+06	1,14E+07
1,56E+07	1,40E+07	1,17E+07	1,48E+07	1,49E+07	1,79E+07
2,22E+07	2,04E+07	1,70E+07	2,03E+07	2,16E+07	2,45E+07
2,85E+07	2,62E+07	2,26E+07	2,56E+07	2,67E+07	3,18E+07
3,39E+07	3,16E+07	2,86E+07	3,07E+07	3,21E+07	3,66E+07
3,82E+07	3,62E+07	3,37E+07	3,50E+07	3,68E+07	4,15E+07
4,21E+07	4,01E+07	3,88E+07	3,85E+07	4,05E+07	4,54E+07
4,50E+07	4,38E+07	4,32E+07	4,15E+07	4,32E+07	4,83E+07
4,71E+07	4,71E+07	4,63E+07	4,39E+07	4,57E+07	5,08E+07
4,85E+07	4,94E+07	4,89E+07	4,58E+07	4,73E+07	5,25E+07
4,94E+07	5,12E+07	5,08E+07	4,72E+07	4,85E+07	5,33E+07
4,98E+07	5,25E+07	5,21E+07	4,82E+07	4,93E+07	5,36E+07
5,01E+07	5,32E+07	5,28E+07	4,90E+07	4,98E+07	5,36E+07
5,01E+07	5,37E+07	5,32E+07	4,96E+07	5,04E+07	5,34E+07
5,01E+07	5,40E+07	5,34E+07	5,01E+07	5,07E+07	5,32E+07
5,01E+07	5,42E+07	5,36E+07	5,05E+07	5,08E+07	5,30E+07
5,01E+07	5,43E+07	5,36E+07	5,09E+07	5,08E+07	5,26E+07
5,00E+07	5,44E+07	5,36E+07	5,12E+07	5,09E+07	5,25E+07
5,01E+07	5,45E+07	5,37E+07	5,17E+07	5,11E+07	5,25E+07
5,03E+07	5,47E+07	5,37E+07	5,23E+07	5,13E+07	5,26E+07
5,03E+07	5,49E+07	5,38E+07			5,27E+07

Continua

Continuação do Anexo E

13	14	15	16	17	18
1,42E+06	1,41E+06	1,54E+06	1,51E+06	1,43E+06	1,45E+06
4,83E+06	4,01E+06	5,67E+06	4,10E+06	4,95E+06	5,12E+06
8,40E+06	7,76E+06	1,11E+07	7,99E+06	9,15E+06	9,38E+06
1,36E+07	1,30E+07	2,43E+07	1,37E+07	1,43E+07	1,48E+07
1,88E+07	1,86E+07	2,96E+07	1,96E+07	2,00E+07	2,04E+07
2,40E+07	2,46E+07	3,42E+07	2,60E+07	2,59E+07	2,56E+07
2,92E+07	3,08E+07	3,83E+07	3,17E+07	3,15E+07	3,06E+07
3,37E+07	3,60E+07	4,15E+07	3,69E+07	3,67E+07	3,51E+07
3,81E+07	4,07E+07	4,33E+07	4,06E+07	4,13E+07	3,85E+07
4,22E+07	4,45E+07	4,43E+07	4,33E+07	4,45E+07	4,16E+07
4,58E+07	4,75E+07	4,47E+07	4,55E+07	4,71E+07	4,40E+07
4,84E+07	4,96E+07	4,48E+07	4,69E+07	4,94E+07	4,61E+07
5,08E+07	5,10E+07	4,48E+07	4,76E+07	5,08E+07	4,75E+07
5,25E+07	5,19E+07	4,49E+07	4,80E+07	5,18E+07	4,84E+07
5,34E+07	5,25E+07	4,50E+07	4,84E+07	5,24E+07	4,90E+07
5,41E+07	5,27E+07	4,52E+07	4,89E+07	5,27E+07	4,95E+07
5,45E+07	5,28E+07	4,55E+07	4,94E+07	5,28E+07	4,97E+07
5,47E+07	5,29E+07	4,59E+07	4,99E+07	5,28E+07	4,99E+07
5,47E+07	5,30E+07	4,64E+07	5,04E+07	5,27E+07	5,01E+07
5,47E+07	5,30E+07	4,68E+07	5,08E+07	5,26E+07	5,03E+07
5,45E+07	5,29E+07		5,11E+07	5,25E+07	5,04E+07
5,45E+07	5,31E+07		5,14E+07	5,25E+07	5,06E+07
5,45E+07	5,33E+07		5,17E+07	5,25E+07	5,08E+07

Continua

Continuação do Anexo E

19	20	21	22	23	29
1,48E+06	1,59E+06	1,45E+06	1,46E+06	1,33E+06	1,47E+06
4,51E+06	5,72E+06	4,08E+06	5,29E+06	4,24E+06	5,07E+06
8,61E+06	9,75E+06	7,22E+06	1,03E+07	8,10E+06	9,96E+06
1,42E+07	2,00E+07	1,26E+07	1,58E+07	1,24E+07	1,57E+07
1,97E+07	2,55E+07	1,84E+07	2,14E+07	1,72E+07	2,13E+07
2,53E+07	3,00E+07	2,43E+07	2,70E+07	2,27E+07	2,70E+07
3,04E+07	3,35E+07	2,96E+07	3,15E+07	2,79E+07	3,21E+07
3,47E+07	3,69E+07	3,47E+07	3,61E+07	3,25E+07	3,66E+07
3,85E+07	3,97E+07	3,90E+07	3,98E+07	3,67E+07	4,03E+07
4,14E+07	4,20E+07	4,32E+07	4,20E+07	4,01E+07	4,36E+07
4,36E+07	4,33E+07	4,62E+07	4,40E+07	4,26E+07	4,60E+07
4,51E+07	4,42E+07	4,87E+07	4,54E+07	4,51E+07	4,81E+07
4,60E+07	4,48E+07	5,04E+07	4,63E+07	4,69E+07	4,94E+07
4,66E+07	4,51E+07	5,15E+07	4,70E+07	4,81E+07	5,01E+07
4,68E+07	4,54E+07	4,41E+07	4,75E+07	4,91E+07	5,05E+07
4,69E+07	4,57E+07	5,22E+07	4,81E+07	4,98E+07	5,05E+07
4,69E+07	4,61E+07	5,23E+07	4,86E+07	5,03E+07	5,05E+07
4,68E+07	4,65E+07	5,24E+07	4,91E+07	5,07E+07	5,05E+07
4,67E+07	4,69E+07	4,45E+07	4,95E+07	5,10E+07	5,05E+07
4,67E+07	4,72E+07	5,23E+07	5,00E+07	5,13E+07	5,04E+07
4,67E+07	4,76E+07	5,23E+07	5,03E+07	5,16E+07	5,05E+07
4,68E+07	4,80E+07	5,24E+07	5,07E+07	5,17E+07	5,05E+07
4,68E+07		5,25E+07	5,12E+07	5,20E+07	5,06E+07

Continua

Continuação do Anexo E

25	26	27	28	42	30
1,53E+06	1,53E+06	1,39E+06	1,53E+06	1,50E+06	1,48E+06
5,50E+06	4,55E+06	4,96E+06	4,97E+06	4,94E+06	6,06E+06
1,02E+07	8,10E+06	9,65E+06	8,49E+06	9,69E+06	1,67E+07
1,60E+07	1,26E+07	1,54E+07	1,33E+07	1,57E+07	1,96E+07
2,17E+07	1,82E+07	2,19E+07	1,80E+07	2,14E+07	2,56E+07
2,76E+07	2,43E+07	2,78E+07	2,30E+07	2,75E+07	3,17E+07
3,23E+07	3,04E+07	3,36E+07	2,79E+07	3,25E+07	3,71E+07
3,66E+07	3,56E+07	3,90E+07	3,26E+07	3,75E+07	4,19E+07
4,00E+07	4,04E+07	4,35E+07	3,66E+07	4,14E+07	4,59E+07
4,25E+07	4,45E+07	4,70E+07	4,01E+07	4,45E+07	4,83E+07
4,46E+07	4,78E+07	4,96E+07	4,26E+07	4,73E+07	5,04E+07
4,63E+07	5,05E+07	5,10E+07	4,50E+07	4,92E+07	5,17E+07
4,73E+07	5,20E+07	5,21E+07	4,68E+07	5,08E+07	5,25E+07
4,83E+07	5,29E+07	5,27E+07	4,83E+07	5,17E+07	5,28E+07
4,88E+07	5,33E+07	5,29E+07	4,94E+07	5,20E+07	5,29E+07
4,91E+07	5,34E+07	5,30E+07	5,00E+07	5,21E+07	5,28E+07
4,94E+07	5,32E+07	5,29E+07	5,03E+07	5,22E+07	5,29E+07
4,96E+07	5,72E+07	5,27E+07	5,06E+07	5,20E+07	5,33E+07
4,98E+07	5,30E+07	5,26E+07	5,08E+07	5,19E+07	5,33E+07
5,00E+07	5,28E+07	5,26E+07	5,09E+07	5,18E+07	5,33E+07
5,78E+07	5,27E+07	5,26E+07	5,11E+07	5,18E+07	5,34E+07
5,06E+07	5,27E+07	5,27E+07	5,13E+07	5,18E+07	5,36E+07
5,10E+07	5,28E+07	5,30E+07	5,15E+07	5,18E+07	5,37E+07

Continua

Continuação do Anexo E

31	32	33	34	35	36
1,58E+06	1,54E+06	1,46E+06	1,71E+06	1,67E+06	1,45E+06
3,62E+06	5,02E+06	5,28E+06	6,55E+06	5,79E+06	4,77E+06
6,16E+06	9,14E+06	9,40E+06	1,21E+07	1,15E+07	8,79E+06
1,08E+07	1,42E+07	1,36E+07	1,77E+07	1,81E+07	1,39E+07
1,67E+07	1,89E+07	1,86E+07	2,37E+07	2,44E+07	1,94E+07
2,31E+07	2,54E+07	2,39E+07	2,88E+07	3,12E+07	2,50E+07
2,92E+07	3,06E+07	2,85E+07	3,36E+07	3,73E+07	3,03E+07
3,51E+07	3,54E+07	3,32E+07	3,71E+07	4,23E+07	3,52E+07
3,97E+07	3,93E+07	3,71E+07	3,95E+07	4,63E+07	3,96E+07
4,38E+07	4,25E+07	4,09E+07	4,13E+07	4,93E+07	4,28E+07
4,68E+07	4,50E+07	4,37E+07	4,24E+07	5,13E+07	4,52E+07
4,92E+07	4,67E+07	4,60E+07	4,31E+07	5,26E+07	4,72E+07
5,10E+07	4,80E+07	4,77E+07	4,38E+07	5,34E+07	4,87E+07
5,22E+07	4,90E+07	4,92E+07	4,45E+07	5,37E+07	4,97E+07
5,27E+07	4,95E+07	4,98E+07	4,52E+07	5,39E+07	5,03E+07
5,32E+07	4,97E+07	5,03E+07	4,59E+07	5,39E+07	5,05E+07
5,35E+07	4,98E+07	5,06E+07	4,66E+07	5,38E+07	5,08E+07
5,38E+07	4,98E+07	5,07E+07	4,73E+07	5,37E+07	5,09E+07
5,41E+07	4,98E+07	5,08E+07	4,79E+07	5,37E+07	5,11E+07
5,42E+07	4,98E+07	5,09E+07	4,86E+07	5,37E+07	5,11E+07
5,44E+07	4,98E+07	5,09E+07	4,92E+07	5,38E+07	5,12E+07
5,46E+07	4,98E+07	5,10E+07	4,96E+07	5,39E+07	5,12E+07
5,50E+07	4,99E+07	5,10E+07	5,00E+07	5,40E+07	

Continua

Continuação do Anexo E

37	38	39	40	41	24
1,45E+06	1,48E+06	1,59E+06	1,59E+06	1,24E+06	1,58E+06
4,85E+06	4,56E+06	5,02E+06	4,17E+06	5,10E+06	5,35E+06
8,84E+06	8,14E+06	8,73E+06	6,72E+06	1,02E+07	1,08E+07
1,48E+07	1,31E+07	1,30E+07	1,08E+07	1,79E+07	1,75E+07
2,08E+07	1,86E+07	1,74E+07	1,58E+07	2,17E+07	2,30E+07
2,66E+07	2,49E+07	2,25E+07	2,13E+07	2,72E+07	2,88E+07
3,18E+07	3,08E+07	2,71E+07	2,67E+07	3,26E+07	3,40E+07
3,62E+07	3,66E+07	3,18E+07	3,24E+07	3,73E+07	3,94E+07
4,02E+07	4,14E+07	3,60E+07	3,80E+07	4,09E+07	4,20E+07
4,34E+07	4,51E+07	3,90E+07	4,18E+07	4,43E+07	4,43E+07
4,61E+07	4,78E+07	4,23E+07	4,47E+07	4,68E+07	4,58E+07
4,79E+07	5,03E+07	4,46E+07	4,77E+07	4,84E+07	4,66E+07
4,90E+07	5,18E+07	4,65E+07	4,96E+07	4,96E+07	4,71E+07
4,96E+07	5,29E+07	4,73E+07	5,12E+07	5,02E+07	4,73E+07
5,00E+07	5,35E+07	4,87E+07	5,21E+07	5,05E+07	4,73E+07
5,03E+07	5,38E+07	4,92E+07	5,26E+07	5,06E+07	4,73E+07
5,04E+07	5,40E+07	4,95E+07	5,30E+07	5,07E+07	4,74E+07
5,06E+07	5,40E+07	4,98E+07	5,31E+07	5,06E+07	4,74E+07
5,07E+07	5,41E+07	4,99E+07	5,32E+07	5,04E+07	4,74E+07
5,08E+07	5,41E+07	5,01E+07	5,32E+07	5,04E+07	4,76E+07
5,10E+07	5,41E+07	5,01E+07	5,32E+07	5,05E+07	4,79E+07
5,12E+07	5,40E+07	5,03E+07	5,32E+07	5,03E+07	4,79E+07
5,15E+07	5,41E+07	5,04E+07	5,34E+07	5,04E+07	

Continua

Continuação do Anexo E

43	44	45	46	48	Mediana
1,38E+06	1,53E+06	1,37E+06	1,39E+06	1,38E+06	1477,67
4,73E+06	4,32E+06	3,88E+06	4,92E+06	5,40E+06	4955,38
9,76E+06	7,49E+06	7,49E+06	9,04E+06	1,07E+07	9142,54
1,58E+07	1,26E+07	1,24E+07	1,51E+07	1,70E+07	14803,26
2,14E+07	1,87E+07	1,75E+07	2,07E+07	2,27E+07	20430,77
2,70E+07	2,50E+07	2,27E+07	2,58E+07	2,80E+07	25947,86
3,21E+07	3,03E+07	2,76E+07	3,10E+07	3,28E+07	31519,10
3,64E+07	3,48E+07	3,18E+07	3,53E+07	3,65E+07	36299,41
4,00E+07	3,87E+07	3,54E+07	3,91E+07	3,99E+07	40000,21
4,27E+07	4,19E+07	3,86E+07	4,24E+07	4,21E+07	43219,47
4,49E+07	4,49E+07	4,09E+07	4,46E+07	4,39E+07	45743,61
4,63E+07	4,49E+07	4,28E+07	4,65E+07	4,50E+07	47775,63
4,72E+07	4,88E+07	4,43E+07	4,78E+07	4,57E+07	49171,95
4,77E+07	5,03E+07	4,51E+07	4,87E+07	4,62E+07	49956,10
4,80E+07	5,11E+07	4,59E+07	4,92E+07	4,65E+07	50175,23
4,82E+07	5,20E+07	4,65E+07	4,94E+07	4,67E+07	50540,13
4,85E+07	5,22E+07	4,69E+07	4,95E+07	4,68E+07	50673,34
4,87E+07	5,25E+07	4,73E+07	4,94E+07	4,70E+07	50756,62
4,90E+07	5,26E+07	4,76E+07	4,94E+07	4,72E+07	50864,60
4,93E+07	5,28E+07	4,78E+07	4,95E+07	4,75E+07	51191,46
4,96E+07	5,30E+07	4,80E+07	4,95E+07	4,77E+07	51653,53
4,99E+07	5,32E+07	4,82E+07	4,95E+07	4,79E+07	51699,98
5,03E+07	5,34E+07	4,84E+07	4,96E+07	4,82E+07	51870,87

ANEXO F

DADOS DOS CORPOS DE PROVA DO GRUPO 2M

	1	2	3	4	5	6
0,00	1,56E+06	1,57E+06	1,63E+06	1,63E+06	1,68E+06	1,67E+06
0,05	5,60E+06	4,92E+06	5,07E+06	5,03E+06	5,40E+06	6,21E+06
0,10	9,95E+06	8,51E+06	9,71E+06	9,24E+06	1,04E+07	1,37E+07
0,15	1,68E+07	1,56E+07	1,57E+07	1,52E+07	1,80E+07	1,97E+07
0,20	2,33E+07	2,25E+07	2,29E+07	2,19E+07	2,51E+07	2,64E+07
0,25	3,00E+07	2,93E+07	2,94E+07	2,84E+07	3,23E+07	3,32E+07
0,30	3,61E+07	3,51E+07	3,49E+07	3,47E+07	3,94E+07	3,90E+07
0,35	4,12E+07	4,06E+07	4,01E+07	4,06E+07	4,56E+07	4,46E+07
0,40	4,57E+07	4,51E+07	4,48E+07	4,55E+07	5,06E+07	4,94E+07
0,45	4,90E+07	4,94E+07	4,84E+07	5,03E+07	5,53E+07	5,34E+07
0,50	5,14E+07	5,26E+07	5,10E+07	5,36E+07	5,83E+07	5,63E+07
0,55	5,29E+07	5,48E+07	5,28E+07	5,60E+07	6,02E+07	5,83E+07
0,60	5,38E+07	5,63E+07	5,41E+07	5,76E+07	6,13E+07	5,95E+07
0,65	5,44E+07	5,71E+07	5,48E+07	5,84E+07	6,19E+07	6,02E+07
0,70	5,48E+07	5,73E+07	5,52E+07	5,88E+07	6,19E+07	6,04E+07
0,75	5,49E+07	5,74E+07	5,56E+07	5,90E+07	6,19E+07	6,04E+07
0,80	5,51E+07	5,72E+07	5,61E+07	5,91E+07	6,17E+07	6,04E+07
0,85	5,53E+07	5,71E+07	5,66E+07	5,92E+07	6,16E+07	6,04E+07
0,90	5,54E+07	5,71E+07	5,71E+07	5,93E+07	6,15E+07	6,03E+07
0,95	5,56E+07	5,71E+07	5,77E+07	5,95E+07	6,15E+07	6,04E+07
1,00	5,59E+07	5,73E+07	5,82E+07	5,97E+07	6,16E+07	
1,05			5,88E+07			
1,10			5,86E+07			
1,15			5,99E+07			
1,20			6,03E+07			
1,25			6,08E+07			

Continua

Continuação do Anexo F

7	8	9	10	11	12	13
1,72E+06	1,53E+06	1,78E+06	1,49E+06	1,50E+06	1,42E+06	1,52E+06
5,95E+06	5,24E+06	5,75E+06	5,62E+06	4,71E+06	3,83E+06	4,07E+06
1,06E+07	1,04E+07	1,12E+07	1,06E+07	8,96E+06	8,03E+06	7,39E+06
1,79E+07	1,79E+07	1,85E+07	1,71E+07	1,51E+07	1,44E+07	1,33E+07
2,56E+07	2,48E+07	2,60E+07	2,36E+07	2,21E+07	2,10E+07	2,02E+07
3,30E+07	3,16E+07	3,43E+07	3,07E+07	2,90E+07	2,78E+07	2,67E+07
3,96E+07	3,77E+07	4,07E+07	3,70E+07	3,55E+07	3,40E+07	3,26E+07
4,53E+07	4,37E+07	4,71E+07	4,29E+07	4,16E+07	3,92E+07	3,79E+07
5,03E+07	4,89E+07	5,20E+07	4,87E+07	4,64E+07	4,47E+07	4,34E+07
5,48E+07	5,34E+07	5,65E+07	5,27E+07	5,14E+07	4,85E+07	4,79E+07
5,81E+07	5,65E+07	5,97E+07	5,59E+07	5,49E+07	5,16E+07	5,14E+07
6,02E+07	5,88E+07	6,17E+07	5,81E+07	5,75E+07	5,36E+07	5,45E+07
6,15E+07	6,02E+07	6,31E+07	5,94E+07	5,92E+07	5,47E+07	5,68E+07
6,22E+07	6,10E+07	6,38E+07	6,01E+07	6,01E+07	5,52E+07	5,84E+07
6,23E+07	6,13E+07	6,42E+07	6,05E+07	6,04E+07	5,53E+07	5,94E+07
6,22E+07	6,14E+07	6,45E+07	6,07E+07	6,04E+07	5,52E+07	6,03E+07
6,20E+07	6,14E+07	6,48E+07	6,07E+07	6,03E+07	5,51E+07	6,06E+07
6,19E+07	6,13E+07	6,49E+07	6,06E+07	6,02E+07	5,49E+07	6,08E+07
6,18E+07	6,11E+07	6,52E+07	6,06E+07	6,01E+07	5,49E+07	6,09E+07
6,18E+07	6,11E+07	6,54E+07	6,06E+07	6,00E+07	5,50E+07	6,09E+07
6,19E+07	6,11E+07	6,57E+07	6,07E+07	6,01E+07	5,52E+07	6,10E+07
						6,10E+07
						6,09E+07
						6,08E+07
						6,09E+07

Continua

Continuação do Anexo F

14	15	16	17	18	19	20
1,73E+06	1,74E+06	1,47E+06	1,64E+06	1,66E+06	1,61E+06	1,59E+06
6,34E+06	6,82E+06	8,14E+06	5,52E+06	5,64E+06	6,33E+06	4,94E+06
1,16E+07	1,20E+07	1,29E+07	1,19E+07	1,10E+07	1,21E+07	9,53E+06
1,93E+07	1,86E+07	1,86E+07	1,91E+07	1,79E+07	2,01E+07	1,56E+07
2,68E+07	2,62E+07	2,51E+07	2,62E+07	2,51E+07	2,66E+07	2,24E+07
3,42E+07	3,31E+07	3,07E+07	3,38E+07	3,22E+07	3,34E+07	2,90E+07
4,07E+07	3,91E+07	3,60E+07	4,00E+07	3,83E+07	3,97E+07	3,57E+07
4,73E+07	4,49E+07	4,13E+07	4,59E+07	4,34E+07	4,53E+07	4,15E+07
5,29E+07	4,99E+07	4,57E+07	5,14E+07	4,84E+07	4,94E+07	4,65E+07
5,72E+07	5,40E+07	5,03E+07	5,53E+07	5,21E+07	5,29E+07	5,17E+07
6,02E+07	5,67E+07	5,40E+07	5,79E+07	5,45E+07	5,58E+07	5,54E+07
6,22E+07	5,87E+07	5,69E+07	5,96E+07	5,61E+07	5,76E+07	5,77E+07
6,34E+07	5,97E+07	5,90E+07	6,05E+07	5,70E+07	5,88E+07	5,93E+07
6,39E+07	6,03E+07	6,03E+07	6,09E+07	5,74E+07	5,95E+07	6,01E+07
6,41E+07	6,06E+07	6,11E+07	6,11E+07	5,75E+07	5,98E+07	6,05E+07
6,41E+07	6,08E+07	6,15E+07	6,11E+07	5,76E+07	5,98E+07	6,05E+07
6,40E+07	6,08E+07	6,16E+07	6,11E+07	5,76E+07	5,97E+07	6,05E+07
6,38E+07	6,09E+07	6,16E+07	6,12E+07	5,77E+07	5,96E+07	6,05E+07
6,37E+07	6,10E+07	6,15E+07	6,13E+07	5,77E+07	5,96E+07	6,05E+07
6,37E+07	6,13E+07	6,14E+07	6,16E+07	5,78E+07	5,96E+07	6,05E+07
6,36E+07	6,15E+07		6,19E+07	5,79E+07	5,96E+07	6,06E+07

Continua

Continuação do Anexo F

21	22	23	24	25	26	27
1,48E+06	1,61E+06	1,65E+06	1,51E+06	1,58E+06	1,55E+06	1,58E+06
5,63E+06	5,08E+06	5,37E+06	4,74E+06	5,13E+06	4,87E+06	5,45E+06
1,01E+07	9,94E+06	9,58E+06	9,04E+06	1,05E+07	8,94E+06	9,45E+06
1,66E+07	1,62E+07	1,61E+07	1,59E+07	1,73E+07	1,48E+07	1,56E+07
2,33E+07	2,31E+07	2,31E+07	2,31E+07	2,47E+07	2,08E+07	2,17E+07
2,96E+07	3,03E+07	3,02E+07	2,98E+07	3,00E+07	2,67E+07	2,75E+07
3,55E+07	3,72E+07	3,58E+07	3,65E+07	3,52E+07	3,23E+07	3,18E+07
4,14E+07	4,31E+07	4,11E+07	4,21E+07	3,95E+07	3,74E+07	3,58E+07
4,62E+07	4,83E+07	4,58E+07	4,72E+07	4,31E+07	4,19E+07	4,04E+07
4,96E+07	5,30E+07	4,94E+07	5,16E+07	4,58E+07	4,59E+07	4,45E+07
5,21E+07	5,62E+07	5,28E+07	5,47E+07	4,79E+07	4,95E+07	4,87E+07
5,37E+07	5,84E+07	5,48E+07	5,67E+07	4,94E+07	5,22E+07	5,18E+07
5,46E+07	5,99E+07	5,62E+07	5,82E+07	5,05E+07	5,43E+07	5,48E+07
5,51E+07	6,06E+07	5,71E+07	5,90E+07	5,15E+07	5,56E+07	5,73E+07
5,52E+07	6,10E+07	5,75E+07	5,94E+07	5,21E+07	5,65E+07	5,94E+07
5,52E+07	6,13E+07	5,78E+07	5,95E+07	5,26E+07	5,71E+07	6,12E+07
5,52E+07	6,15E+07	5,79E+07	5,95E+07	5,31E+07	5,74E+07	6,26E+07
5,52E+07	6,17E+07	5,81E+07	5,95E+07	5,35E+07	5,76E+07	6,36E+07
5,52E+07	6,20E+07	5,84E+07	5,96E+07	5,40E+07	5,78E+07	6,43E+07
5,53E+07	6,22E+07	5,87E+07	5,97E+07	5,43E+07	5,79E+07	6,47E+07
5,53E+07	6,26E+07	5,91E+07	5,97E+07	5,47E+07	5,81E+07	6,51E+07
	6,30E+07	5,95E+07	6,00E+07	5,51E+07	5,84E+07	6,52E+07
	6,34E+07	5,95E+07	6,02E+07	5,60E+07	5,87E+07	6,53E+07
				5,66E+07		6,53E+07
						6,52E+07
						6,52E+07

Continua

Continuação do Anexo F

28	29	30	31	32	33	34
1,59E+06	1,57E+06	1,56E+06	1,51E+06	1,53E+06	1,49E+06	1,50E+06
5,48E+06	6,65E+06	6,38E+06	4,96E+06	1,18E+07	1,02E+07	4,21E+06
1,04E+07	1,18E+07	1,21E+07	9,34E+06	1,86E+07	1,68E+07	7,71E+06
1,68E+07	1,97E+07	2,02E+07	1,52E+07	2,57E+07	2,39E+07	1,31E+07
2,84E+07	2,63E+07	2,80E+07	2,13E+07	3,21E+07	3,07E+07	1,88E+07
3,58E+07	3,38E+07	3,55E+07	2,80E+07	3,78E+07	3,69E+07	2,50E+07
4,15E+07	3,95E+07	4,21E+07	3,41E+07	4,31E+07	4,24E+07	3,10E+07
4,54E+07	4,47E+07	4,89E+07	3,97E+07	4,73E+07	4,75E+07	3,67E+07
4,98E+07	4,95E+07	5,42E+07	4,48E+07	5,10E+07	5,14E+07	4,17E+07
5,29E+07	5,33E+07	5,88E+07	4,91E+07	5,38E+07	5,46E+07	4,64E+07
5,51E+07	5,57E+07	6,20E+07	5,20E+07	5,56E+07	5,69E+07	5,04E+07
5,66E+07	5,72E+07	6,42E+07	5,44E+07	5,68E+07	5,84E+07	5,33E+07
5,75E+07	5,81E+07	6,54E+07	5,60E+07	5,74E+07	5,93E+07	5,53E+07
5,80E+07	5,83E+07	6,59E+07	5,70E+07	5,78E+07	5,97E+07	5,66E+07
5,83E+07	5,81E+07	6,60E+07	5,76E+07	5,80E+07	5,98E+07	5,73E+07
5,84E+07	5,80E+07	6,60E+07	5,80E+07	5,83E+07	5,98E+07	5,77E+07
5,84E+07	5,78E+07	6,58E+07	5,81E+07	5,87E+07	5,96E+07	5,78E+07
5,85E+07	5,77E+07	6,56E+07	5,82E+07	5,90E+07	5,95E+07	5,78E+07
5,85E+07	5,76E+07	6,55E+07	5,83E+07	5,94E+07	5,94E+07	5,79E+07
5,87E+07	5,77E+07	6,55E+07	5,84E+07	5,99E+07	5,94E+07	5,79E+07
5,89E+07	5,79E+07	6,55E+07	5,86E+07	6,03E+07		5,79E+07
5,91E+07			5,89E+07	6,08E+07		
			5,91E+07			
			5,94E+07			
			5,97E+07			
			6,01E+07			

Continua

Continuação do Anexo F

35	36	37	38	39	40	41
1,51E+06	1,72E+06	1,60E+06	1,43E+06	1,48E+06	1,73E+06	1,56E+06
5,53E+06	6,11E+06	4,96E+06	4,04E+06	5,03E+06	5,57E+06	4,39E+06
1,01E+07	1,16E+07	9,05E+06	7,89E+06	8,82E+06	9,89E+06	8,20E+06
1,68E+07	1,86E+07	1,44E+07	1,87E+07	1,47E+07	1,66E+07	1,45E+07
2,37E+07	2,59E+07	2,01E+07	2,51E+07	2,10E+07	2,34E+07	2,21E+07
3,07E+07	3,32E+07	2,67E+07	3,10E+07	2,72E+07	3,00E+07	2,96E+07
3,77E+07	4,00E+07	3,23E+07	3,64E+07	3,27E+07	3,61E+07	3,71E+07
4,38E+07	4,59E+07	3,80E+07	4,17E+07	3,75E+07	4,12E+07	4,36E+07
4,94E+07	5,13E+07	4,32E+07	4,62E+07	4,11E+07	4,56E+07	4,97E+07
5,34E+07	5,54E+07	4,75E+07	5,00E+07	4,41E+07	4,99E+07	5,45E+07
5,64E+07	5,79E+07	5,13E+07	5,29E+07	4,64E+07	5,32E+07	5,80E+07
5,86E+07	5,94E+07	5,40E+07	5,53E+07	4,78E+07	5,55E+07	6,04E+07
5,97E+07	6,01E+07	5,63E+07	5,45E+07	4,85E+07	5,82E+07	6,18E+07
6,01E+07	6,05E+07	5,77E+07	5,80E+07	4,90E+07	5,82E+07	6,25E+07
6,02E+07	6,07E+07	5,88E+07	5,85E+07	4,91E+07	5,87E+07	6,27E+07
6,01E+07	6,10E+07	5,96E+07	5,90E+07	4,92E+07	5,89E+07	6,27E+07
5,99E+07	6,13E+07	6,01E+07	5,93E+07	4,91E+07	5,91E+07	6,27E+07
5,97E+07	6,19E+07	6,04E+07	5,96E+07	4,91E+07	5,91E+07	6,28E+07
5,96E+07	6,24E+07	6,06E+07	5,99E+07	4,92E+07	5,91E+07	6,28E+07
5,96E+07	6,30E+07	6,09E+07	6,02E+07	4,92E+07	5,90E+07	6,30E+07
5,95E+07	6,34E+07	6,12E+07	6,02E+07	4,92E+07	5,91E+07	6,33E+07
5,96E+07	6,39E+07	6,15E+07	6,09E+07	4,93E+07	5,92E+07	6,36E+07
5,97E+07	6,41E+07	6,18E+07	6,12E+07	4,94E+07	5,94E+07	6,40E+07
5,99E+07	6,44E+07	6,21E+07	6,15E+07	4,95E+07	5,95E+07	
	6,47E+07	6,23E+07	6,19E+07	4,97E+07	5,97E+07	
	6,51E+07	6,26E+07	6,22E+07			

Continua

Continuação do Anexo F

42	43	44	45	48	46	Mediana
1,49E+06	1,57E+06	1,59E+06	1,44E+06	1,40E+06	1,95E+06	1569,03
4,92E+06	4,99E+06	4,71E+06	4,77E+06	4,10E+06	6,38E+06	5303,57
9,67E+06	1,01E+07	9,20E+06	1,51E+07	7,37E+06	1,15E+07	10019,65
1,61E+07	1,68E+07	1,44E+07	2,21E+07	1,20E+07	1,78E+07	16791,95
2,31E+07	2,48E+07	2,07E+07	2,85E+07	1,72E+07	2,39E+07	23521,71
2,94E+07	3,20E+07	2,68E+07	3,42E+07	2,29E+07	3,00E+07	30100,44
3,56E+07	3,84E+07	3,26E+07	4,00E+07	2,84E+07	3,58E+07	36290,21
4,08E+07	4,41E+07	3,78E+07	4,42E+07	3,28E+07	4,11E+07	41635,57
4,52E+07	4,92E+07	4,29E+07	4,84E+07	3,69E+07	4,49E+07	46458,35
4,89E+07	5,34E+07	4,71E+07	5,14E+07	4,09E+07	4,78E+07	51420,56
5,14E+07	5,61E+07	5,01E+07	5,32E+07	4,38E+07	5,00E+07	54213,72
5,31E+07	5,79E+07	5,28E+07	5,43E+07	4,60E+07	5,14E+07	56343,04
5,42E+07	5,88E+07	5,44E+07	5,52E+07	4,74E+07	5,22E+07	57543,93
5,47E+07	5,92E+07	5,54E+07	5,54E+07	4,86E+07	5,29E+07	58253,88
5,50E+07	5,94E+07	5,61E+07	5,56E+07	4,94E+07	5,35E+07	58791,06
5,52E+07	5,97E+07	5,64E+07	5,57E+07	4,99E+07	5,44E+07	59250,76
5,54E+07	6,00E+07	5,68E+07	5,58E+07	5,04E+07	5,55E+07	59400,30
5,58E+07	6,05E+07	5,69E+07	5,61E+07	5,08E+07	5,64E+07	59525,54
5,61E+07	6,12E+07	5,70E+07	5,64E+07	5,11E+07	5,75E+07	59501,54
5,66E+07	6,20E+07	5,71E+07	5,69E+07	5,12E+07	5,85E+07	59573,23
5,71E+07	6,27E+07	5,73E+07	5,73E+07	5,14E+07	5,93E+07	59572,30
5,78E+07	6,34E+07	5,74E+07	5,79E+07	5,17E+07	6,01E+07	59513,70
5,84E+07	6,39E+07	5,75E+07	5,84E+07	5,20E+07	6,08E+07	59549,36
5,90E+07	6,43E+07	5,76E+07	5,90E+07	5,23E+07	6,14E+07	59688,37
5,96E+07	6,46E+07	5,78E+07	5,96E+07	5,26E+07	6,20E+07	60028,15
		5,80E+07	6,02E+07	5,29E+07	6,24E+07	60815,77

ANEXO G

DADOS DOS CORPOS DE PROVA DO GRUPO 2V

	1	2	3	4	5	6
0,00	1,54E+06	1,50E+06	1,48E+06	1,70E+06	1,52E+06	1,49E+06
0,05	5,21E+06	5,96E+06	5,56E+06	6,82E+06	4,47E+06	5,99E+06
0,10	1,03E+07	1,11E+07	1,07E+07	1,27E+07	8,00E+06	1,16E+07
0,15	1,56E+07	1,76E+07	1,69E+07	1,95E+07	1,16E+07	1,82E+07
0,20	2,18E+07	2,35E+07	2,29E+07	2,48E+07	1,61E+07	2,56E+07
0,25	2,82E+07	2,92E+07	2,91E+07	3,05E+07	2,10E+07	3,26E+07
0,30	3,47E+07	3,44E+07	3,54E+07	3,57E+07	2,57E+07	3,94E+07
0,35	4,09E+07	3,91E+07	4,07E+07	4,08E+07	3,10E+07	4,61E+07
0,40	4,57E+07	4,31E+07	4,52E+07	4,53E+07	3,58E+07	5,08E+07
0,45	5,00E+07	4,68E+07	4,94E+07	4,91E+07	4,00E+07	5,49E+07
0,50	5,36E+07	5,00E+07	5,32E+07	5,20E+07	4,34E+07	5,86E+07
0,55	5,64E+07	5,32E+07	5,66E+07	5,46E+07	4,63E+07	6,08E+07
0,60	5,90E+07	5,57E+07	5,91E+07	5,64E+07	4,90E+07	6,28E+07
0,65	6,11E+07	5,79E+07	6,12E+07	5,78E+07	5,10E+07	6,42E+07
0,70	6,28E+07	5,97E+07	6,27E+07	5,89E+07	5,30E+07	6,50E+07
0,75	6,39E+07	6,13E+07	6,38E+07	5,97E+07	5,47E+07	6,55E+07
0,80	6,49E+07	6,26E+07	6,46E+07	6,03E+07	5,62E+07	6,57E+07
0,85	6,54E+07	6,36E+07	6,51E+07	6,09E+07	5,75E+07	6,57E+07
0,90	6,28E+07	6,45E+07	6,55E+07	6,14E+07	5,88E+07	6,57E+07
0,95	6,61E+07	6,52E+07	6,57E+07	6,19E+07	5,97E+07	6,58E+07
1,00	6,62E+07	6,57E+07	6,58E+07	6,24E+07	6,05E+07	6,58E+07
1,05	6,63E+07	6,62E+07	6,60E+07	6,27E+07	6,14E+07	6,59E+07
1,10	6,65E+07	6,65E+07	6,61E+07	6,32E+07	6,21E+07	6,60E+07
1,15		6,68E+07		6,35E+07	6,28E+07	
1,20		6,71E+07		6,39E+07	6,34E+07	
1,25						

Continua

Continuação do Anexo G

7	8	9	10	11	12	13
1,49E+06	1,53E+06	1,61E+06	1,70E+06	1,39E+06	1,41E+06	1,43E+06
4,42E+06	4,83E+06	4,73E+06	6,83E+06	4,92E+06	4,86E+06	5,17E+06
8,46E+06	8,68E+06	8,17E+06	1,31E+07	9,64E+06	8,71E+06	1,08E+07
1,40E+07	1,31E+07	1,22E+07	1,96E+07	1,46E+07	1,29E+07	1,59E+07
1,96E+07	1,83E+07	1,73E+07	2,59E+07	1,97E+07	1,71E+07	2,18E+07
2,52E+07	2,35E+07	2,30E+07	3,25E+07	2,45E+07	2,14E+07	2,82E+07
3,00E+07	2,82E+07	2,84E+07	3,81E+07	3,03E+07	2,55E+07	3,42E+07
3,40E+07	3,25E+07	3,29E+07	4,26E+07	3,59E+07	2,96E+07	3,94E+07
3,75E+07	3,69E+07	3,83E+07	4,70E+07	4,07E+07	3,23E+07	4,34E+07
4,07E+07	4,09E+07	4,29E+07	5,03E+07	4,50E+07	3,48E+07	4,70E+07
4,35E+07	4,41E+07	4,70E+07	5,30E+07	4,88E+07	3,71E+07	5,00E+07
4,58E+07	4,65E+07	5,07E+07	5,49E+07	5,18E+07	3,90E+07	5,27E+07
4,76E+07	4,86E+07	5,35E+07	5,65E+07	5,43E+07	4,09E+07	5,49E+07
4,92E+07	5,03E+07	5,60E+07	5,76E+07	5,63E+07	4,24E+07	5,67E+07
5,05E+07	5,19E+07	5,80E+07	5,83E+07	5,78E+07	4,38E+07	5,77E+07
5,18E+07	5,30E+07	5,96E+07	5,87E+07	5,91E+07	4,51E+07	5,86E+07
5,29E+07	5,41E+07	6,08E+07	5,91E+07	6,01E+07	4,64E+07	5,93E+07
5,38E+07	5,50E+07	6,19E+07	5,93E+07	6,09E+07	4,76E+07	5,98E+07
5,47E+07	5,56E+07	6,30E+07	5,96E+07	6,14E+07	4,86E+07	6,04E+07
5,55E+07	5,62E+07	6,39E+07	5,99E+07	6,18E+07	4,97E+07	6,10E+07
5,61E+07	5,67E+07	6,47E+07	6,01E+07	6,22E+07	5,06E+07	6,15E+07
5,66E+07	5,70E+07	6,56E+07	6,03E+07	6,25E+07	5,17E+07	6,20E+07
5,71E+07	5,74E+07	6,64E+07	6,06E+07	6,28E+07	5,28E+07	6,25E+07
5,75E+07	5,78E+07	6,73E+07		6,30E+07	5,38E+07	6,29E+07
5,79E+07	5,82E+07	6,80E+07		6,33E+07	5,46E+07	6,34E+07
5,83E+07					5,53E+07	

Continua

Continuação do Anexo G

14	15	16	17	18	19	20
1,53E+06	1,56E+06	1,52E+06	1,29E+06	1,56E+06	1,61E+06	1,47E+06
6,14E+06	6,65E+06	4,57E+06	3,85E+06	5,69E+06	4,14E+06	4,53E+06
1,02E+07	1,18E+07	8,40E+06	6,52E+06	1,02E+07	7,34E+06	9,57E+06
1,56E+07	1,75E+07	1,38E+07	9,73E+06	1,49E+07	1,07E+07	1,55E+07
2,17E+07	2,27E+07	2,00E+07	1,35E+07	1,99E+07	1,44E+07	2,16E+07
2,76E+07	2,97E+07	2,56E+07	1,73E+07	2,52E+07	1,89E+07	2,68E+07
3,32E+07	3,48E+07	3,12E+07	2,14E+07	2,96E+07	2,34E+07	3,15E+07
3,88E+07	3,96E+07	3,71E+07	2,53E+07	3,38E+07	2,80E+07	3,56E+07
4,35E+07	4,39E+07	4,15E+07	2,94E+07	3,78E+07	3,24E+07	3,88E+07
4,75E+07	4,80E+07	4,58E+07	3,29E+07	4,09E+07	3,70E+07	4,17E+07
5,11E+07	5,13E+07	4,91E+07	3,70E+07	4,37E+07	4,11E+07	4,39E+07
5,43E+07	5,38E+07	5,20E+07	4,04E+07	4,60E+07	4,51E+07	4,55E+07
5,70E+07	5,60E+07	5,43E+07	4,35E+07	4,83E+07	4,87E+07	4,65E+07
5,95E+07	5,75E+07	5,61E+07	4,61E+07	5,02E+07	5,18E+07	4,72E+07
6,14E+07	5,87E+07	5,76E+07	4,86E+07	5,20E+07	5,45E+07	4,79E+07
6,29E+07	5,97E+07	5,89E+07	5,08E+07	5,37E+07	5,65E+07	4,86E+07
6,40E+07	6,03E+07	5,98E+07	5,26E+07	5,53E+07	5,79E+07	4,96E+07
6,47E+07	6,10E+07	6,06E+07	5,41E+07	5,66E+07	5,89E+07	5,07E+07
6,53E+07	6,16E+07	6,14E+07	5,53E+07	5,78E+07	5,95E+07	5,18E+07
6,57E+07	6,20E+07	6,21E+07	5,60E+07	5,90E+07	5,98E+07	5,29E+07
6,60E+07	6,26E+07	6,26E+07	5,65E+07	6,01E+07	6,00E+07	5,38E+07
6,62E+07	6,29E+07	6,31E+07	5,68E+07	6,11E+07	6,02E+07	5,47E+07
6,64E+07	6,32E+07	6,34E+07	5,70E+07	6,21E+07	6,02E+07	5,54E+07
		6,39E+07	5,74E+07	6,31E+07	6,03E+07	5,60E+07
		6,41E+07	5,76E+07	6,40E+07	6,05E+07	5,65E+07
			5,79E+07	6,50E+07		5,70E+07

Continua

Continuação do Anexo G

21	23	24	25	26	27	28
1,48E+06	1,40E+06	1,38E+06	1,46E+06	1,39E+06	1,45E+06	1,65E+06
6,26E+06	5,44E+06	5,79E+06	5,97E+06	4,31E+06	5,34E+06	6,08E+06
1,19E+07	9,16E+06	1,17E+07	1,02E+07	7,81E+06	8,74E+06	1,14E+07
1,85E+07	1,46E+07	1,87E+07	1,61E+07	1,27E+07	1,44E+07	1,82E+07
2,58E+07	2,05E+07	2,50E+07	2,25E+07	1,85E+07	1,96E+07	2,50E+07
3,22E+07	2,52E+07	3,15E+07	2,85E+07	2,40E+07	2,56E+07	3,20E+07
3,77E+07	3,06E+07	3,76E+07	3,40E+07	3,01E+07	3,10E+07	3,90E+07
4,34E+07	3,61E+07	4,28E+07	3,95E+07	3,47E+07	3,68E+07	4,48E+07
4,76E+07	4,17E+07	4,74E+07	4,36E+07	3,94E+07	4,19E+07	5,02E+07
5,13E+07	4,66E+07	5,10E+07	4,70E+07	4,40E+07	4,66E+07	5,44E+07
5,48E+07	5,08E+07	5,39E+07	4,97E+07	4,81E+07	5,10E+07	5,82E+07
5,74E+07	5,53E+07	5,60E+07	5,21E+07	5,22E+07	5,45E+07	6,08E+07
5,94E+07	5,89E+07	5,76E+07	5,38E+07	5,56E+07	5,73E+07	6,26E+07
6,08E+07	6,20E+07	5,86E+07	5,51E+07	5,87E+07	5,95E+07	6,40E+07
6,22E+07	6,43E+07	5,90E+07	5,69E+07	6,07E+07	6,12E+07	6,49E+07
6,33E+07	6,60E+07	5,93E+07	5,74E+07	6,22E+07	6,24E+07	6,54E+07
6,40E+07	6,70E+07	5,95E+07	5,79E+07	6,32E+07	6,31E+07	6,56E+07
6,45E+07	6,75E+07	5,96E+07	5,83E+07	6,37E+07	6,36E+07	6,56E+07
6,50E+07	6,78E+07	5,98E+07	5,86E+07	6,41E+07	6,38E+07	6,56E+07
6,56E+07	6,79E+07	5,99E+07	5,89E+07	6,44E+07	6,39E+07	6,56E+07
6,59E+07	6,78E+07	6,01E+07	5,93E+07	6,45E+07	6,40E+07	6,56E+07
6,64E+07	6,78E+07	6,02E+07	5,97E+07	6,46E+07	6,40E+07	6,56E+07
6,69E+07	6,78E+07	6,05E+07	6,00E+07	6,46E+07	6,41E+07	6,56E+07
			6,03E+07		6,41E+07	
			6,07E+07		6,43E+07	
			6,11E+07			

Continua

Continuação do Anexo G

29	30	31	32	33	34	35
1,23E+06	1,43E+06	1,50E+06	1,46E+06	1,43E+06	1,36E+06	1,52E+06
5,02E+06	3,70E+06	4,92E+06	4,53E+06	5,16E+06	3,41E+06	4,65E+06
1,14E+07	6,52E+06	9,49E+06	8,41E+06	1,00E+07	6,55E+06	7,90E+06
1,57E+07	1,03E+07	1,50E+07	1,33E+07	1,60E+07	1,06E+07	1,21E+07
2,19E+07	1,49E+07	2,19E+07	1,88E+07	2,21E+07	1,55E+07	1,63E+07
2,93E+07	2,02E+07	2,95E+07	2,45E+07	2,85E+07	2,14E+07	2,06E+07
3,45E+07	2,65E+07	3,59E+07	2,98E+07	3,43E+07	2,71E+07	2,53E+07
4,04E+07	3,28E+07	4,25E+07	3,49E+07	4,03E+07	3,20E+07	3,07E+07
4,57E+07	3,87E+07	4,80E+07	3,90E+07	4,58E+07	3,76E+07	3,56E+07
4,97E+07	4,37E+07	5,33E+07	4,26E+07	5,05E+07	4,22E+07	4,03E+07
5,30E+07	4,78E+07	5,70E+07	4,59E+07	5,41E+07	4,60E+07	4,45E+07
5,56E+07	5,11E+07	6,03E+07	4,88E+07	5,73E+07	4,86E+07	4,83E+07
5,76E+07	5,38E+07	6,24E+07	5,14E+07	5,97E+07	5,09E+07	5,16E+07
5,88E+07	5,59E+07	6,38E+07	5,37E+07	6,14E+07	5,25E+07	5,45E+07
5,96E+07	5,73E+07	6,47E+07	5,57E+07	6,23E+07	5,36E+07	5,66E+07
6,00E+07	5,82E+07	6,52E+07	5,74E+07	6,30E+07	5,45E+07	5,85E+07
6,01E+07	5,88E+07	6,53E+07	5,87E+07	6,32E+07	5,50E+07	5,99E+07
6,00E+07	5,94E+07	6,54E+07	5,97E+07	6,33E+07	5,53E+07	6,10E+07
5,98E+07	5,98E+07	6,54E+07	6,06E+07	6,33E+07	5,55E+07	6,19E+07
5,97E+07	6,01E+07	6,53E+07	6,12E+07	6,34E+07	5,58E+07	6,27E+07
5,97E+07	6,04E+07	6,53E+07	6,18E+07	6,34E+07	5,60E+07	6,32E+07
5,96E+07	6,06E+07	6,54E+07	6,22E+07	6,34E+07	5,62E+07	6,35E+07
5,96E+07	6,09E+07	6,55E+07	6,28E+07	6,36E+07	5,64E+07	6,39E+07
						6,41E+07
						6,43E+07

Continua

Continuação do Anexo G

36	37	38	39	40	41	42
1,37E+06	1,40E+06	1,48E+06	1,49E+06	1,45E+06	1,49E+06	1,49E+06
4,53E+06	5,25E+06	4,23E+06	6,04E+06	7,02E+06	6,02E+06	7,27E+06
8,19E+06	1,06E+07	6,81E+06	1,27E+07	1,26E+07	1,09E+07	1,31E+07
1,32E+07	1,64E+07	1,01E+07	2,08E+07	1,89E+07	1,62E+07	1,97E+07
1,85E+07	2,33E+07	1,36E+07	2,85E+07	2,44E+07	2,16E+07	2,58E+07
2,43E+07	3,04E+07	1,75E+07	3,61E+07	3,00E+07	2,70E+07	3,18E+07
2,97E+07	3,67E+07	2,14E+07	4,25E+07	3,55E+07	3,16E+07	3,68E+07
3,55E+07	4,17E+07	2,52E+07	4,81E+07	4,07E+07	3,65E+07	4,19E+07
3,98E+07	4,62E+07	2,86E+07	5,32E+07	4,58E+07	4,08E+07	4,61E+07
4,39E+07	5,01E+07	3,16E+07	5,74E+07	5,03E+07	4,54E+07	5,01E+07
4,75E+07	5,31E+07	3,41E+07	6,14E+07	5,40E+07	4,92E+07	5,31E+07
5,07E+07	5,53E+07	3,61E+07	6,42E+07	5,72E+07	5,28E+07	5,56E+07
5,38E+07	5,70E+07	3,80E+07	6,61E+07	5,98E+07	5,55E+07	5,75E+07
5,63E+07	5,81E+07	3,96E+07	6,71E+07	6,16E+07	5,75E+07	5,91E+07
5,80E+07	5,88E+07	4,11E+07	6,76E+07	6,25E+07	5,86E+07	6,03E+07
5,93E+07	5,91E+07	4,25E+07	6,77E+07	6,30E+07	5,92E+07	6,12E+07
6,03E+07	5,92E+07	4,39E+07	6,76E+07	6,30E+07	5,95E+07	6,20E+07
6,10E+07	5,93E+07	4,53E+07	6,75E+07	6,32E+07	5,97E+07	6,27E+07
6,14E+07	5,93E+07	4,64E+07	6,74E+07	6,25E+07	5,99E+07	6,33E+07
6,18E+07	5,93E+07	4,77E+07	6,73E+07	6,36E+07	6,04E+07	6,39E+07
6,21E+07	5,93E+07	4,89E+07	6,71E+07	6,40E+07	6,09E+07	6,44E+07
6,23E+07	5,94E+07	5,00E+07	6,72E+07	6,45E+07	6,14E+07	6,49E+07
6,25E+07	5,96E+07	5,12E+07	6,74E+07	6,49E+07	6,19E+07	6,53E+07
		5,23E+07			6,25E+07	
		5,34E+07			6,31E+07	
		5,46E+07			6,35E+07	

Continua

Continuação do Anexo G

43	44	45	46	47	48	Mediana
1,28E+06	1,43E+06	1,35E+06	1,41E+06	1,55E+06	1,54E+06	1481,02
4,93E+06	6,34E+06	4,35E+06	3,51E+06	4,25E+06	6,19E+06	5092,71
9,42E+06	1,18E+07	9,48E+06	5,69E+06	8,11E+06	1,32E+07	9603,54
1,52E+07	1,88E+07	1,58E+07	8,28E+06	1,27E+07	1,95E+07	15360,13
2,15E+07	2,55E+07	2,23E+07	1,14E+07	1,77E+07	2,64E+07	21593,49
2,78E+07	3,22E+07	2,91E+07	1,51E+07	2,31E+07	3,32E+07	27306,18
3,40E+07	3,84E+07	3,57E+07	1,95E+07	2,85E+07	3,96E+07	32388,36
4,05E+07	4,39E+07	4,16E+07	2,40E+07	3,36E+07	4,53E+07	37928,03
4,62E+07	4,86E+07	4,67E+07	2,88E+07	3,85E+07	5,03E+07	42484,36
5,08E+07	5,22E+07	5,04E+07	3,33E+07	4,30E+07	5,49E+07	46747,00
5,50E+07	5,53E+07	5,39E+07	3,79E+07	4,68E+07	5,72E+07	50033,28
5,91E+07	5,76E+07	5,65E+07	4,15E+07	4,95E+07	5,94E+07	53026,13
6,22E+07	5,96E+07	5,86E+07	4,47E+07	5,16E+07	6,11E+07	55665,27
6,44E+07	6,08E+07	6,14E+07	4,73E+07	5,30E+07	6,21E+07	57531,65
6,59E+07	6,17E+07	6,21E+07	4,99E+07	5,40E+07	6,27E+07	58686,95
6,68E+07	6,22E+07	6,24E+07	5,23E+07	5,46E+07	6,30E+07	59282,52
6,72E+07	6,26E+07	6,25E+07	5,48E+07	5,49E+07	6,32E+07	60084,65
6,74E+07	6,26E+07	6,25E+07	5,59E+07	5,51E+07	6,33E+07	60911,22
6,73E+07	6,27E+07	6,25E+07	5,73E+07	5,54E+07	6,34E+07	61398,33
6,71E+07	6,28E+07	6,25E+07	5,86E+07	5,58E+07	6,35E+07	61878,05
6,70E+07	6,29E+07	6,26E+07	5,97E+07	5,62E+07	6,36E+07	62288,30
6,70E+07	6,29E+07	6,27E+07	6,05E+07	5,66E+07	6,38E+07	62583,05
6,70E+07	6,30E+07		6,12E+07	5,72E+07	6,41E+07	62791,91
				5,78E+07		62485,97
				5,84E+07		63054,03
						57916,38

ANEXO H

EXAMES RADIOGRÁFICOS DOS CORPOS DE PROVA

DOS QUATRO GRUPOS EXPERIMENTAIS

GRUPO 1M

GRUPO 1V

GRUPO 2M

GRUPO 2V

ANEXO I

TESTES ESTATÍSTICOS DOS DADOS DE

MÓDULO DE ELASTICIDADE

Kruskal-Wallis One Way Analysis of Variance on Ranks

terça-feira, novembro 20, 2001, 14:43:54

Data source: Data 1 in Notebook

Normality Test: Failed (P = <0,001)

Group	N	Missing	Median	25%	75%
Col 1	47	0	1389,000	1197,500	1511,000
Col 2	47	0	1263,000	1200,000	1316,500
Col 3	47	0	1563,000	1457,250	1641,500
Col 4	47	0	1402,000	1216,250	1623,000

H = 47,072 with 3 degrees of freedom. (P = <0,001)

The differences in the median values among the treatment groups are greater than would be expected by chance; there is a statistically significant difference (P = <0,001)

To isolate the group or groups that differ from the others use a multiple comparison procedure.

All Pairwise Multiple Comparison Procedures (Dunn's Method) :

Comparison	Diff of Ranks	Q	P<0,05
Col 3 vs Col 2	75,362	6,714	Yes
Col 3 vs Col 1	50,585	4,506	Yes
Col 3 vs Col 4	37,543	3,345	Yes
Col 4 vs Col 2	37,819	3,369	Yes
Col 4 vs Col 1	13,043	1,162	No
Col 1 vs Col 2	24,777	2,207	No

Note: The multiple comparisons on ranks do not include an adjustment for ties.

ANEXO J

TESTES ESTATÍSTICOS DOS DADOS DA

TENSÃO NO LIMITE DE PROPORCIONALIDADE

Kruskal-Wallis One Way Analysis of Variance on Ranks

terça-feira, novembro 20, 2001, 14:40:43

Data source: Data 1 in Notebook**Normality Test:** Passed ($P > 0,200$)**Equal Variance Test:** Failed ($P = 0,001$)

Group	N	Missing	Median	25%	75%
Col 1	47	0	39400,000	35950,000	44925,000
Col 2	47	0	36100,000	33925,000	37400,000
Col 3	47	0	35800,000	31300,000	40000,000
Col 4	47	0	39800,000	35950,000	42975,000

H = 22,653 with 3 degrees of freedom. ($P = <0,001$)

The differences in the median values among the treatment groups are greater than would be expected by chance; there is a statistically significant difference ($P = <0,001$)

To isolate the group or groups that differ from the others use a multiple comparison procedure.

All Pairwise Multiple Comparison Procedures (Dunn's Method) :

Comparison	Diff of Ranks	Q	P<0,05
Col 1 vs Col 3	41,819	3,726	Yes
Col 1 vs Col 2	40,521	3,610	Yes
Col 1 vs Col 4	7,574	0,675	No
Col 4 vs Col 3	34,245	3,051	Yes
Col 4 vs Col 2	32,947	2,935	Yes
Col 2 vs Col 3	1,298	0,116	No

Note: The multiple comparisons on ranks do not include an adjustment for ties.

ANEXO L

TESTES ESTATÍSTICOS DOS DADOS DA

DEFORMAÇÃO NO LIMITE DE PROPORCIONALIDADE

Kruskal-Wallis One Way Analysis of Variance on Ranks

terça-feira, novembro 20, 2001, 14:50:04

Data source: Data 1 in Notebook

Normality Test: Failed (P = <0,001)

Group	N	Missing	Median	25%	75%
Col 1	47	0	3,360	2,515	3,777
Col 2	47	0	2,950	2,538	3,237
Col 3	47	0	2,530	2,120	2,567
Col 4	47	0	2,930	2,695	3,357

H = 31,972 with 3 degrees of freedom. (P = <0,001)

The differences in the median values among the treatment groups are greater than would be expected by chance; there is a statistically significant difference (P = <0,001)

To isolate the group or groups that differ from the others use a multiple comparison procedure.

All Pairwise Multiple Comparison Procedures (Dunn's Method) :

Comparison	Diff of Ranks	Q	P<0,05
Col 1 vs Col 3	59,298	5,283	Yes
Col 1 vs Col 2	15,904	1,417	No
Col 1 vs Col 4	11,989	1,068	Do Not Test
Col 4 vs Col 3	47,309	4,215	Yes
Col 4 vs Col 2	3,915	0,349	Do Not Test
Col 2 vs Col 3	43,394	3,866	Yes

Note: The multiple comparisons on ranks do not include an adjustment for ties.