

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO**

**BÁRBARA BRAGA JOBIM**

**EFEITO DO TEMPO DE ARMAZENAMENTO SOBRE AS PROPRIEDADES  
FÍSICO-QUÍMICAS DO CIMENTO ENDODÔNTICO AH PLUS  
Versão corrigida**

**Ribeirão Preto  
2019**



**BARBARA BRAGA JOBIM**

**EFEITO DO TEMPO DE ARMAZENAMENTO SOBRE AS PROPRIEDADES  
FÍSICO-QUÍMICAS DO CIMENTO ENDODÔNTICO AH PLUS**

*Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo para a obtenção do grau de Mestre em Ciências – Programa: Odontologia Restauradora - Área de concentração: Odontologia Restauradora (Opção: Endodontia).*

**Orientador:** Prof. Dr. Antonio Miranda da Cruz Filho

**Ribeirão Preto**

**2019**

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Assinatura do autor: \_\_\_\_\_ Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/2019

### **Ficha Catalográfica**

Jobim, Barbara Braga

Efeito do tempo de armazenamento sobre as propriedades físico-químicas do cimento endodôntico AH Plus, 2019.

79p.: il.; 30cm

Dissertação de mestrado, apresentada na Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (FORP-USP), área de concentração: Odontologia Restauradora - área Endodontia. Versão corrigida da Dissertação. A versão original se encontra disponível na Unidade que aloja o Programa.

Orientador: Prof. Dr. Antonio Miranda da Cruz Filho

1. Cimento endodôntico. 2. Propriedades físico-químicas. 3. Endodontia

## FOLHA DE APROVAÇÃO

JOBIM, B. B. **Efeito do tempo de armazenamento sobre as propriedades físico-químicas do cimento endodôntico AH Plus.** 2019. 79 p. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2019.

Aprovado em: \_\_\_\_/\_\_\_\_/2019

### Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Instituição: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_

Assinatura: \_\_\_\_\_

Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Instituição: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_

Assinatura: \_\_\_\_\_

Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Instituição: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_

Assinatura: \_\_\_\_\_





Este trabalho de pesquisa foi realizado no Laboratório de Pesquisa em Endodontia do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo.





# ***D*EDICATÓRIA**

---



A meus pais, **Franklin** e **Fernanda**, meus maiores incentivadores, por acreditarem em mim, pela dedicação a minha formação. A minha irmã, **Débora**, pelo apoio. A minhas avós, **Zailde e Vera**, pelo carinho e pelas orações.

Gratidão!



# **A** *GRADECIMENTOS*

---



Ao meu orientador, **Prof. Dr. Antonio Miranda da Cruz Filho**, pelos conselhos e ensinamentos que tanto colaboraram para a minha formação. Obrigada pela confiança e pela oportunidade.

Ao **Prof. Dr. Manoel Damião de Sousa Neto**, pela oportunidade e ensinamentos transmitidos durante toda essa etapa.

Ao **Prof. Dr. Jesus Djalma Pécora**, por compartilhar seu olhar sobre a pesquisa científica. Um visionário da ciência! Admiração por seu trabalho, sabedoria e cultura.

Aos professores do Departamento de Odontologia Restauradora, **Prof. Dr. Ricardo Gariba Silva, Prof. Dr. Ricardo Novak Savioli, Prof. Dr. Luiz Pascoal Vansan, e Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Aline Evangelista de Souza Gabriel**, pelo convívio agradável e ensinamentos.

Aos funcionários, **Carlos Feitosa dos Santos, Reginaldo Santana, Débora Fernandes Costa Guedes, Frederico Augusto Farias, Maria Amália Viesti de Oliveira, Maria Isabel Miguel e Mary Possani Carmessano**, pelo auxílio, solicitude e carinho com que me trataram.

Aos amigos da pós-graduação **Amanda Buosi de Biagi, Bruno Monguilhott Crozeta, Fabiane Carneiro Lopes, Fabiana de Góes Paiola, Fillipe Mendes Silva, Gabriela Hadid, Isabela Lima de Mendonça, Igor Petean, Isabela Quero, Luis Eduardo Souza Flamini, Jardel Francisco Mazzi Chaves, Kleber Carvalho, Patricia Escobar, Paulo André Yamin, Rafael Verardino Camargo, Rodrigo Dantas Pereira, Thais Oliveira Alves, Vanessa Lessa, Vicente Reinaldo Fretes e Vitor Luís Ribeiro** pela convivência agradável e pela troca de experiências.

A **Isadora Mello Vilarinho Soares e Caroline Cristina Borges**, amigas queridas, que caminharam ao meu lado me apoiando durante toda trajetória desta fase de pós-graduação. Gratidão pela amizade.

À **CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior** e **CNPQ – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico**, pelo apoio financeiro durante minha trajetória na pós-graduação.

À **Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, da Universidade de São Paulo**, que me acolheu e permitiu meu crescimento pessoal e profissional. Uma honra fazer parte desta história!



*“O maior obstáculo para a descoberta não é a ignorância - é a ilusão do conhecimento”*

Stephen William Hawking



***R*ESUMO**

---



JOBIM, B. B. **Efeito do tempo de armazenamento sobre as propriedades físico-químicas do cimento endodôntico AH Plus**. 2019. 79 p. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2019.

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito do tempo de armazenamento sobre as propriedades físico-químicas do cimento endodôntico AH Plus. Avaliou-se ainda, por meio de testes complementares, os elementos químicos presentes na amostra referente ao primeiro uso da pasta B. Os testes de escoamento e tempo de endurecimento foram conduzidos em conformidade com as Especificações nº 57 da ANSI/ADA. Os testes de solubilidade e alteração dimensional seguiram as modificações propostas por Carvalho-Júnior et al. (2007). Foram utilizados quatro caixas de cimento (C1, C2, C3 e C4), com as quais realizaram-se a aleatorização, para que todos os cimentos fossem utilizados em todos os testes até o final do experimento. Analisaram-se as propriedades de tempo de endurecimento, escoamento, solubilidade e alteração dimensional, em quatro momentos: logo que aberto (T0), após 30 (T30), 90 (T90) e 360 (T360) dias após a abertura. Os dados foram analisados por meio dos testes ANOVA one-way e Tukey ( $\alpha=0,05$ ). A média do tempo de endurecimento foi de  $515,10 \pm 54,89$  minutos. No entanto, T0 ultrapassou os 10% estabelecidos como variação máxima pela ANSI/ADA ( $596,80 \pm 7,05$ ). T0 foi estatisticamente diferente ( $p \leq 0,01$ ) de T30, T90 e T360. A propriedade de escoamento atendeu às normas ANSI/ADA ( $\geq 20$  mm). Esta propriedade diminuiu significativamente ( $p \leq 0,05$ ) com o passar do tempo. A solubilidade não excedeu 3% de massa no período de análise. A expansão do cimento ( $0,94\% \pm 0,12$ ), apesar de ter diminuído com o tempo, não atendeu às especificações da ANSI/ADA. Na amostra inicial da pasta B, foram detectados todos os componentes dessa pasta com predominância de óleo de silicone. Com exceção da alteração dimensional, as propriedades do cimento AH Plus aqui avaliadas não sofrem alterações no período de 360 dias de armazenamento.



# ***A*bstract**

---

---





**JOBIM, B. B. Effect of storage time on the physico-chemical properties of endodontic sealer AH Plus.** 2019. 79 p. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2019.

The aim of the present study was to evaluate the effect of storage time on the physico-chemical properties of endodontic sealer AH Plus. The chemical elements present in the first part of paste B were further evaluated by complementary tests. Flow and setting time tests were conducted in accordance with ANSI/ADA Specifications No 57. Solubility and dimensional change tests followed the modifications proposed by Carvalho-Júnior et al. (2007). Four sealers boxes were used (C1, C2, C3 and C4), which randomization was performed so that all sealers were used in all tests until the end of the experiment. The properties of setting time, flow, solubility and dimensional change were analyzed at four moments: once it was opened (T0) after 30 days of open (T30), after 90 days of open (T90) and after 360 days (T360). Data were analyzed by ANOVA one-way and Tukey tests ( $\alpha=0,05$ ). The average setting time was  $515.10 \pm 54.89$  minutes. However, in T0, it exceeded the 10% established as maximum variation by ANSI / ADA ( $596.80 \pm 7.05$ ). T0 was statistically different ( $P \leq 0.01$ ) from T30, T90 and T360. The AH Plus flow complied with ANSI / ADA standards ( $\geq 20$  mm). This property significantly decreased ( $P \leq 0.05$ ) over time. Solubility did not exceed 3% of mass in the analysis period. Sealer expansion ( $0.94\% \pm 0.12$ ), although decreasing over time, did not met ANSI / ADA specifications. In the initial sample of paste B, all components of this paste were present, but the predominance of silicone oil were detected. With the exception of dimensional change, the evaluated properties of AH Plus do not change during the 360 days of storage.



# **S***UMÁRIO*

---



## SUMÁRIO

Introdução.....	3
Proposição.....	9
Materiais e Métodos.....	13
Resultados.....	25
Discussão.....	37
Conclusões.....	49
Referências.....	53
Anexo.....	65



# ***INTRODUÇÃO***

---





O cimento endodôntico assume papel fundamental na obturação do sistema de canais radiculares, pois é responsável pela aderência da massa obturadora às paredes dentinárias, além de preencher as irregularidades e espaços não passíveis de serem ocupados pela guta-percha (FLORES et al., 2011; ACCARDO et al., 2014; AKCAY et al., 2016; DE DEUS et al., 2003). Para cumprir seus objetivos, o cimento endodôntico deve apresentar propriedades físico-químicas, tais como: resistência à contração, bom escoamento, ser insolúvel aos fluidos bucais, ser bacteriostático ou impróprio para a proliferação microbiana, não alterar a coloração dentária, ser radiopaco e não irritar os tecidos periapicais (GROSSMAN, 1976; GATEWOOD, 2007). Ao longo dos anos, diferentes cimentos endodônticos foram desenvolvidos na tentativa de aprimorar suas propriedades físico-químicas visando, essencialmente, melhorar o selamento apical, diminuir a solubilidade e aumentar a estabilidade dimensional (PAKDEETHAI et al., 2013; ACCARDO et al., 2014; CAVENAGO et al., 2014, SHARMA et al., 2014; GANDOLFI et al., 2016; KHALIL; NAAMAN; CAMILLERI, 2016; PRÜLLAGE et al., 2016; SHOURGASHTI et al., 2018; VERTUAN et al., 2018), evitando assim a percolação de fluidos (SILVA et al., 2016; ELYASSI et al., 2019) e a reinfecção dos tecidos periapicais por patógenos orais (FLORES et al., 2011; PAKDEETHAI et al., 2013; SHARMA et al., 2014; SILVA et al., 2016; SOUZA et al., 2017; PIAI et al., 2018; VERTUAN et al., 2018).

Deve-se ressaltar, que o tempo de endurecimento é uma característica importante durante a fase de obturação do canal radicular. O operador além do domínio da técnica de obturação necessita, essencialmente, de tempo hábil para executá-la. De acordo com as especificações nº 57 da American National Standards Institute/American Dental Association (ANSI/ADA, 2000), o cimento endodôntico deve apresentar tempo de endurecimento suficiente para que seja utilizado, mesmo

em técnicas de obturação mais demoradas. No entanto, o tempo de endurecimento não pode ser prolongado, visto que o contato de substâncias nocivas ao organismo podem causar irritação e dificultar a cicatrização apical (GROSSMAN, 1976). A especificação nº 57 da ANSI/ADA ressalta ainda, que o cimento endodôntico deve apresentar escoamento e facilidade de inserção no interior do canal (SHAFER et al., 2015; SHOURGASTHI et al., 2018). A solubilidade deve ser menor que 3%, para que a dissolução não favoreça a infiltração bacteriana com o decorrer do tempo e a alteração dimensional, não deve exceder 1% ou expandir mais do que 0,1% (ØRSTAVIK, 2005, FLORES et al., 2011; PAKDEETHAI et al., 2013; SCHÄFER et al., 2013; CAMARGO et al., 2014; CAVENAGO et al., 2014).

Os cimentos endodônticos podem ser classificados de acordo com sua composição química, apresentando-se como cimentos à base de ionômero de vidro, à base de óxido de zinco e eugenol, cimentos contendo hidróxido de cálcio, cimentos à base de resina, à base de MTA, à base de biocerâmicas e aqueles à base de silicone (BARABA et al., 2011; AL-HADDAD; AZIZ, 2016). O cimento AH Plus (Dentsply-Sirona, DeTrey, Konstanz, Alemanha), à base de resina epóxica, é considerado o “padrão-ouro” entre os cimentos endodônticos (VERSIANI et al., 2006; PIAI et al., 2018; HUANG et al., 2018; VERTUAN et al., 2018; TEDESCO et al., 2018). Esse material apresenta fácil manipulação, radiopacidade adequada, bom escoamento além de baixas solubilidade, desintegração e contração (FLORES et al., 2011; BORGES et al., 2012; DE-DEUS et al., 2017; BILGI et al., 2016; SOUZA et al., 2017; LEE et al., 2017). Estudo prévio avaliou a radiopacidade, solubilidade, escoamento, espessura do filme, tempo de endurecimento e adaptação às paredes do canal radicular de três cimentos à base de resina epóxi (AH Plus, Acroseal e Adseal). Apesar dos cimentos mostrarem semelhança para a maioria das

propriedades avaliadas, o AH Plus apresentou maior radiopacidade e tempo de endurecimento (MARCIANO et al., 2001). O bom escoamento e o maior tempo de polimerização do AH Plus favorecem sua penetração nas microirregularidades dos canais radiculares (TAY; PASHLEY, 2007; SILVA et al., 2015; AKCAY et al., 2016), além de viabilizar a imbricação através das fibras colágenas da dentina. Como consequência, promove um aumento da resistência da massa obturadora ao deslocamento e menor microinfiltração marginal (ZHOU et al., 2013; RACHED-JUNIOR et al., 2014; MARTINS et al., 2016; DE-DEUS et al., 2017; FRANCESCHINI et al., 2016; SOUZA et al., 2017; TEDESCO et al., 2018). Outro estudo mostrou que o cimento AH Plus apresenta melhor adaptação às paredes do canal radicular que os cimentos Endo-CPM-Sealer, Sealapex e Activ GP (CANADAS et al., 2014). Os autores ressaltaram a boa capacidade de escoamento desse material.

O cimento AH Plus (Dentsply-Sirona, DeTrey, Konstanz, Alemanha) apresenta-se na forma de duas pastas (A e B) acondicionadas em bisnagas. A bula do fabricante informa que a pasta A contém resinas epóxi (Bisfenol A/F), tungstato de cálcio, óxido de zircônio, sílica e óxido de ferro, enquanto que a pasta B contém poliaminas (amina adamantada, dibenzildiamina; triciclododecano–diamina), tungstato de cálcio, óxido de zircônio, sílica e óleo de silicone. A mistura das pastas promove a reação das aminas com os monômeros epóxi resultando na formação de polímeros (BALDI et al., 2012). As propriedades físico-químicas do material são influenciadas pelo nível de conversão monômero-polímero obtida durante o processo de polimerização (FERRACANE; GREENER 1984, STANSBURY; DICKENS 2001, SOSTENA et al. 2009). Mudanças na relação base/catalisador durante a preparação do cimento endodôntico causam alterações em suas propriedades físico-químicas, bem como nas biológicas (ØRSTAVIK 1983, CAMPS et al. 2004). Estudo anterior

mostrou que dependendo da porção da bisnaga, o tempo de endurecimento, escoamento e radiopacidade aumentam ou diminuem (BALDI et al., 2012). Esse estudo aponta ainda para a presença de um material bastante fluido, visualizado ao dispensar pela primeira vez, a pasta B. Tal material, provavelmente óleo de silicone, alterou significativamente o tempo de endurecimento do material (BALDI et al., 2012).

O cimento endodôntico passa por longo caminho desde a sua fabricação até a utilização pelo cirurgião-dentista na clínica odontológica. Este processo pode interferir na homogeneidade do material, em especial, naqueles dispostos na forma de pasta devido à segregação dos componentes da fórmula (BALDI et al., 2012). O tempo de utilização desse material, bem como as condições de armazenamento, provavelmente são fatores que também podem influenciar negativamente a qualidade final do cimento obturador. Assim, torna-se válido verificar se o cimento preparado ao longo do esvaziamento do conteúdo das bisnagas apresentam alterações em suas propriedades físico-químicas.

***P*ROPOSIÇÃO**

---

---



O objetivo do presente estudo foi avaliar as propriedades físico-químicas (tempo de endurecimento, escoamento, solubilidade e alteração dimensional), segundo as especificações nº 57 da ANSI/ADA, do cimento endodôntico AHPlus em diferentes tempos de armazenamento (primeiro uso, 30 dias, 90 dias e 360 dias). Além disso, avaliou-se, por meio de testes complementares, os elementos químicos presentes na amostra referente ao primeiro uso da pasta B.









# ***M*ATERIAS E *M*ÉTODOS**

---

---



Para melhor compreensão e organização do presente capítulo, o mesmo foi dividido em quatro tópicos principais: A) Material e condições do experimento; B) Metodologia; C) Testes complementares; D) Análise estatística dos dados.

### A) Material e condições do experimento

O cimento endodôntico utilizado foi o AH Plus (Dentsply DeTrey, Konstanz, Alemanha), cuja composição fornecida pelo fabricante encontra-se na Tabela I:

**Tabela I** - Composição e fabricante do cimento AH Plus.

Cimento	Fabricante	Composição
AH Plus	Dentsply, Konstanz, Germany	Pasta A: Resina epóxi de bisfenol-A, resina epóxi de bisfenol-B, tungstênio de cálcio, óxido de zircônio, silício, pigmentos de óxido de ferro Pasta B: Dibenzil-diamina, aminoadamantana, diamina triciclododecane, tungstênio de cálcio, óxido de zircônio, silício, óleo de silicone

Foram utilizadas quatro caixas de cimento de lotes diferentes, cujas pastas A e B de cada material foram devidamente identificadas como C1, C2, C3 e C4 (Tabela II).

**Tabela II.** Lotes dos cimentos AH Plus.

Cimentos AH Plus	Lotes
C1	1306000413 2015-04
C2	1306000413 2015-04
C3	1303000943 2015-02
C4	1401000822 2015-10

Os cimentos testados foram armazenados na temperatura de  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ , antes da realização do experimento. Essas mesmas condições de temperatura foram mantidas durante todo o período experimental. Para a avaliação das propriedades físico-químicas referentes ao tempo de endurecimento, escoamento, solubilidade e alteração dimensional foram realizados testes em conformidade com as Especificações nº 57 da ANSI/ADA (2000), sendo que os testes de solubilidade e alteração dimensional seguiram as modificações propostas por Carvalho-Junior et al. (2007).

Os testes referentes às propriedades físico-químicas dos cimentos foram realizados em quatro momentos: primeiro uso (T0) e 30 (T30), 90 (T90) e 360 dias (T360) após o primeiro uso. Com objetivo de assegurar que em cada tempo proposto, os quatro diferentes lotes de cimentos fossem utilizados criou-se uma aleatorização dos materiais (Tabela III). Dessa forma, todos os lotes de cimentos foram utilizados em todos os testes e em todos os tempos propostos.

**Tabela III.** Distribuição dos cimentos após a aleatorização, conforme os testes e tempos de análise.

Propriedade	Tempo analisado			
	T0	T30	T90	T360
Escoamento	C1/C4	C3/C4	C2/C4	C3
Tempo de endurecimento	C1	C3	C2	C4
Solubilidade	C2	C1/C4	C3/C4	C2/C1
Alteração dimensional	C3	C2	C1	C4

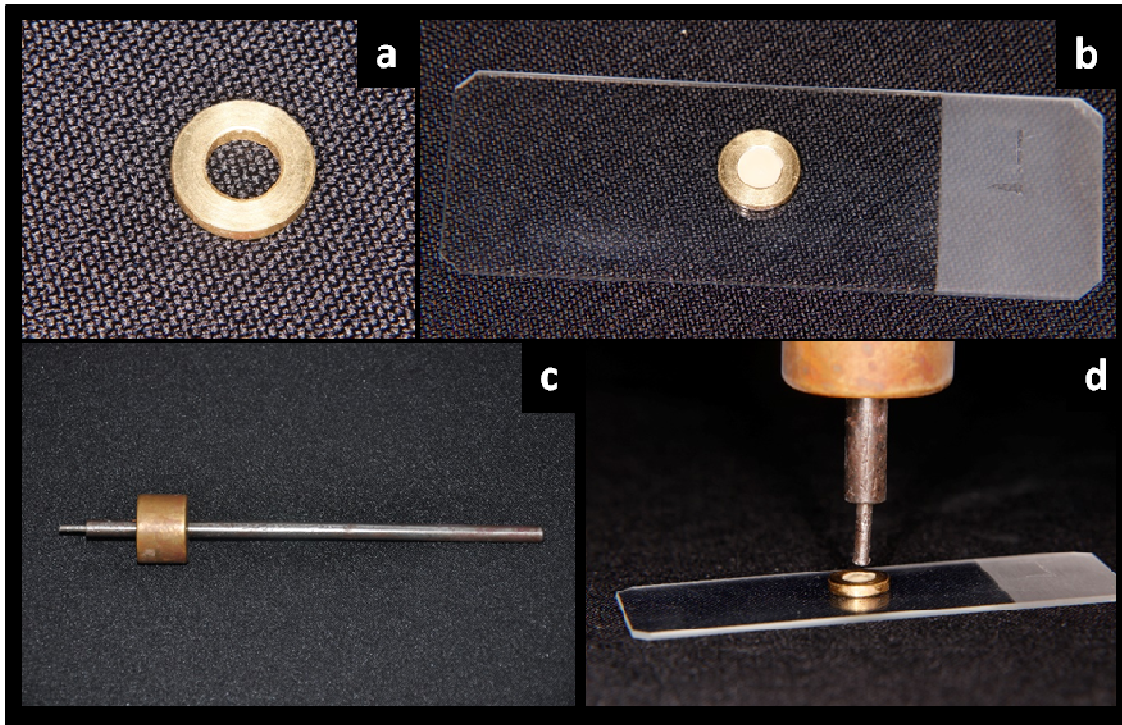
Previamente a espatulação do material, todas as bisnagas de toda a amostra foram abertas. Na sequência uma porção da pasta A e da pasta B da mesma caixa

foi dispensada sobre uma placa de vidro, na proporção de 1:1. Durante a dispensa das pastas tomou-se o cuidado de verificar se havia material estranho associado ao material. Todas as porções foram inicialmente dosadas (5 cm), por meio de paquímetro digital (Digimess, Shiko Precision Gaging Ltd, China), e posteriormente espatuladas durante (30s), por meio de espátula nº 24, quando obteve-se então a consistência homogênea do cimento.

## **B) Metodologia**

### *Análise do tempo de endurecimento*

Cinco moldes circulares de aço inoxidável, com 10 mm de diâmetro interno e 02 mm de espessura (Figura 1a), foram fixados com cera utilidade em uma lâmina de vidro. O cimento foi manipulado, conforme descrito anteriormente, e colocado no interior do anel metálico, até o seu total preenchimento (Figura 1b). Após  $120 \pm 10$  segundos do final da mistura, o conjunto foi colocado em uma estufa, a  $37^{\circ}\text{C}$  ( $\pm 1$ ). Próximo ao tempo de endurecimento indicado pelo fabricante (8 horas a  $37^{\circ}\text{C}$ ), uma agulha tipo Gilmore de 100 g (Figura 1c), com ponta ativa de 2 mm de diâmetro foi cuidadosamente colocada perpendicularmente sobre a superfície do material (Figura 1d). O procedimento foi repetido até que a agulha não marcasse mais a superfície do cimento, definindo nesse momento o tempo de endurecimento. Durante o teste, tomou-se o cuidado de limpar a ponta da agulha entre cada repetição. O tempo de endurecimento do cimento foi obtido a partir da média aritmética das cinco repetições do teste, para cada tempo de armazenamento.



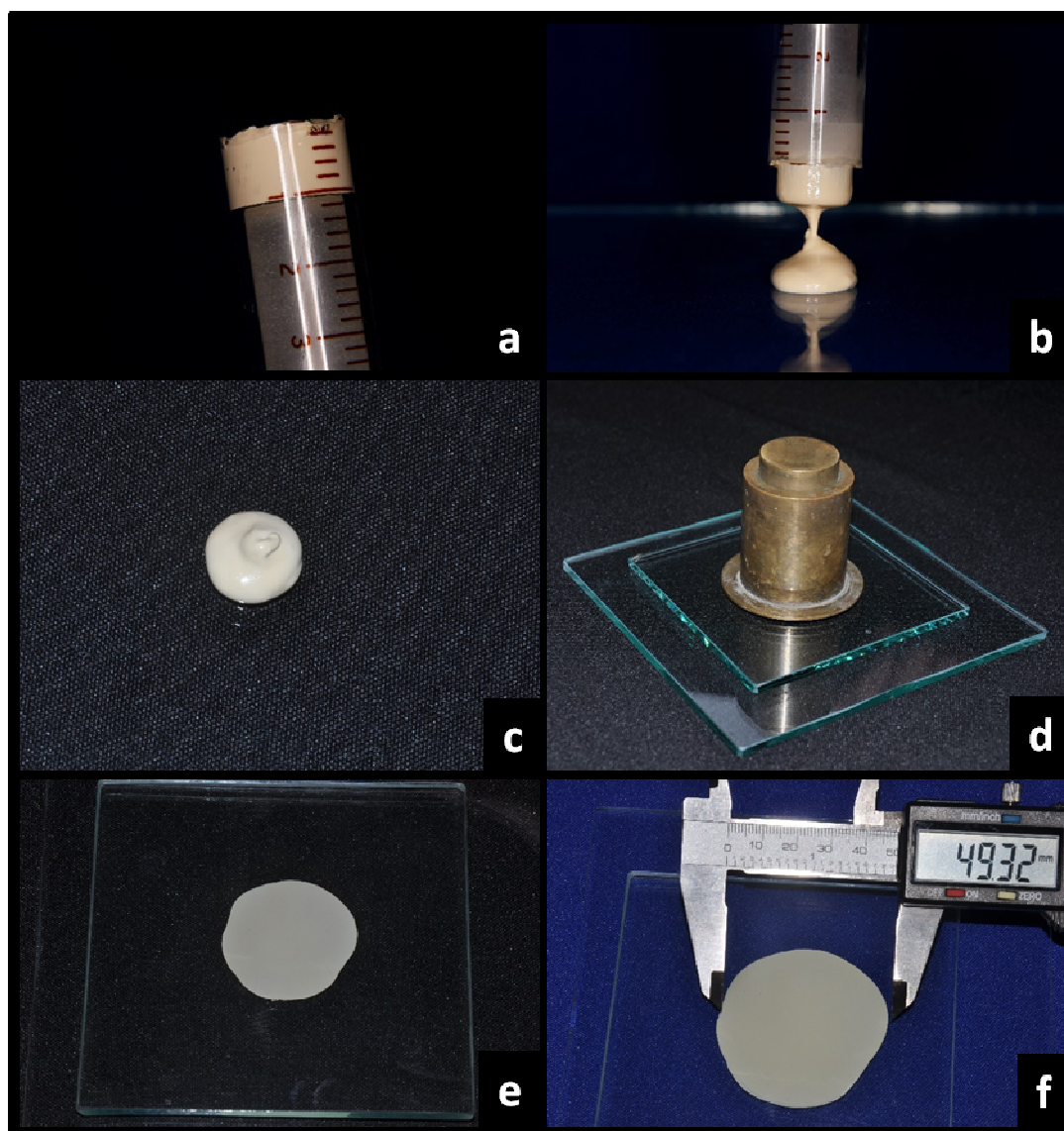
**Figura 1.** Teste de endurecimento: detalhes do corpo de prova e da agulha de Gilmore. a) molde circular de aço inoxidável; b) molde fixado à lâmina de vidro e preenchido com cimento; c) agulha do tipo Gilmore utilizada no teste; d) detalhe da posição da agulha perpendicularmente à superfície do cimento.

### *Análise do escoamento*

Uma seringa tipo Luer de vidro de 3 mL foi adaptada e preenchida com 0,5 mL do cimento (Figura 2a). Todo o material foi depositado no centro de uma placa de vidro, com dimensões de 8 x 8 x 0,3 cm (Figura 2b,c). Decorridos 180 segundos ( $\pm 5$ ) do início da espatulação, uma segunda placa de vidro foi colocada cuidadosamente sobre o cimento. Sobre essa placa colocou-se um peso adicional, de forma que o conjunto placa-peso adicional somassem 120 g (Figura 2d), conforme recomendações da especificações ANSI/ADA. Decorridos 10 minutos do início da espatulação, o peso foi removido e os diâmetros maiores e menores formados pelo cimento foram aferidos com o auxílio de um paquímetro digital



(Digimess, Shiko Precision Gaging Ltd, China) (Figura 2e,f). Para que as medidas coletadas fossem consideradas válidas, todo cuidado foi tomado para que os discos de cimento formados fossem uniformemente circulares, bem como, a diferença entre os diâmetros mínimo e máximo não ultrapassasse 1mm.



**Figura 2.** Teste de escoamento. a) detalhe da seringa adaptada; b) deposição do cimento sobre a placa de vidro; c) detalhe do cimento sobre a placa; d) conjunto placa de vidro e peso adicional; e) imagem da circunferência formada pelo cimento; f) momento da aferição do diâmetro por meio do paquímetro digital.

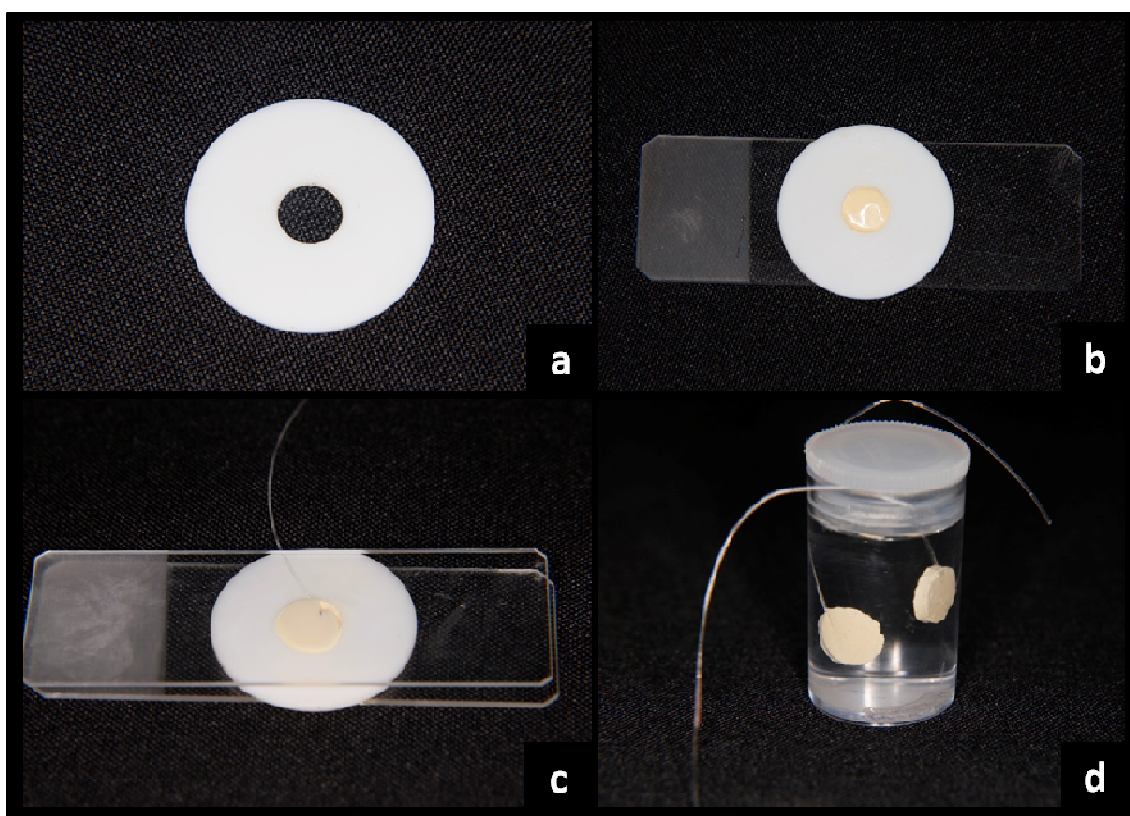
Neste teste foram confeccionados cinco corpos de prova para cada período de tempo. A medida do diâmetro maior e menor foi aferida por três vezes em cada corpo de prova. Ao final, o valor médio de todos os valores dos diâmetros foi considerado como o valor do escoamento do cimento.

### *Análise da solubilidade*

Para o teste de solubilidade, dez moldes circulares de teflon (Politetrafluoretileno) com 7,75 mm de diâmetro interno e 1,5 mm de espessura (Carvalho-Jr et al., 2007) (Figura 3a) foram fixados com cera utilidade sobre lâminas de vidro (26 x 76 x 1,3 mm). Após a espatulação do cimento, os moldes foram preenchidos com o material (Figura 3b) e um fio de nylon impermeável foi colocado sobre o cimento ainda amolecido. Em seguida, outra lâmina de vidro foi colocada sobre o molde e pressionada manualmente, de forma que as lâminas tocassem inteiramente e uniformemente o molde (Figura 3c). O conjunto foi mantido em estufa a 37°C e 95% de umidade relativa. Decorrido o intervalo de três vezes o tempo de endurecimento do cimento (24 h), as amostras foram removidas do molde e pesadas em uma balança de precisão (Shimadzu AUY 220, Japão). Foram realizadas três pesagens para cada espécime, obtendo-se assim, uma média do peso inicial para cada corpo de prova.

As amostras foram suspensas pelo fio de nylon e levadas, duas a duas, para recipientes com 7,5 mL de água destilada e deionizada (Figura 3d). Tal medida possibilitou que as amostras não se tocassem entre si e nem a superfície interna do recipiente. Em seguida, os recipientes foram fechados e mantidos em estufa a 37°C e 95% de umidade, onde permaneceram por sete dias. Decorrido uma semana as amostras foram retiradas dos recipientes, enxaguadas com água destilada e

deionizada e depositadas sobre papel absorvente para remoção do excesso do líquido. Posteriormente, foram colocadas em desumidificador contendo ácido sulfúrico 98%, por 24 horas. As amostras, então, foram pesadas novamente para o cálculo da perda de massa, expressa como a porcentagem da massa original do material  $[(\text{massa inicial} - \text{massa final}) / \text{massa final}] \times 100 = \% \text{ massa}$ , sendo este valor correspondente à solubilidade do cimento. Ao final foram obtidos cinco valores de solubilidade, visto que cada valor da porcentagem da massa do cimento foi obtido por meio da média aritmética das pesagens de duas amostras.

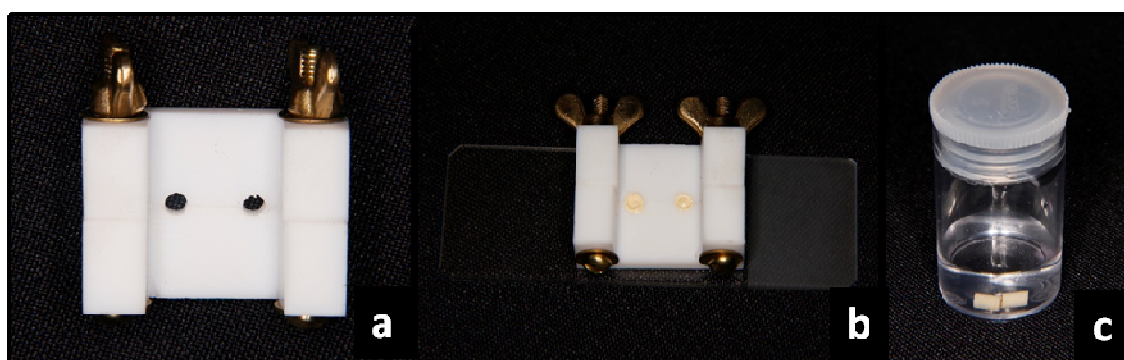


**Figura 3.** Materiais utilizados no teste de solubilidade. a) detalhe do molde circular de teflon; b) molde sobre a placa de vidro e preenchido com cimento; c) conjunto lâminas-molde-fio de nylon; d) amostras, duas a duas, imersas em recipiente contendo água destilada e deionizada.

#### *Análise da alteração Dimensional*

Para a realização do teste, foram confeccionados cinco moldes de teflon cilíndricos de dimensões 3,58 mm de altura por 3 mm de diâmetro (Carvalho-Jr et

al., 2007) (Figura 4a). Cada molde foi colocado sobre uma lâmina de vidro e preenchido com cimento, até a observação de um pequeno excesso em suas extremidades superiores (Figura 4b). Em seguida, outra lâmina de vidro foi posicionada digitalmente sobre a superfície superior do molde. O conjunto molde/lâminas permaneceu pressionado por meio de um grampo em forma de “C”. Decorridos 5 minutos do início da mistura, o conjunto foi levado à estufa à 37°C e 95% de umidade relativa. Passado o período equivalente a três vezes o tempo de endurecimento do cimento, o conjunto foi retirado da estufa e removidas as lâminas de vidro, permanecendo o material, ainda no interior do molde. As superfícies do cimento foram regularizadas, com auxílio de lixa de granulação 600 sob irrigação constante com água destilada deionizada e, em seguida, removeu-se o material do molde. Imediatamente após, o tamanho da amostra de cimento foi aferida por meio de paquímetro digital (Digimess, Shiko Precision Gaging Ltd, China), para definição do comprimento inicial (L), em mm. Nesse momento todos os espécimes foram devidamente identificados por números. Feita a medição, as amostras foram imersas em recipiente contendo 2,24 mL de água destilada e deionizada (Figura 4c) e levadas à estufa a 37°C e 95% de umidade, por 30 dias. Decorrido esse período, as amostras foram retiradas do recipiente, secas com papel de alta absorção e seu comprimento medido novamente.



**Figura 4.** a) Detalhe do molde de teflon cilíndrico; b) molde sobre a lâmina de vidro e preenchido com a amostra de cimento; c) amostras do cimento imersas em água destilada e deionizada.

O cálculo do percentual das alterações dimensionais foi realizado através da fórmula  $[(L_{30} - L) / L] \times 100$  onde  $L_{30}$  é o comprimento da amostra após 30 dias de armazenamento.

### **C) Testes complementares**

Logo que o frasco da pasta B foi aberto pela primeira vez, e o seu conteúdo depositado sobre a placa de vidro, observou-se que a primeira porção do material que saiu do frasco, apresentava-se bastante líquida e com a coloração pouco esbranquiçada, tendendo ao transparente. Essa porção apresentava características físicas diferentes das demais porções do mesmo frasco, as quais mostravam-se mais consistentes, firmes e com coloração branca homogênea em toda extensão da porção. Tal observação nos levou a realização de três testes com essa porção de material, com objetivo de identificar quais os elementos químicos estavam presentes. O primeiro teste, Espectrometria de Massas com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS), possibilitou identificar a presença de metais dispersos na amostra. O segundo, “Spot Test”, auxiliou na detecção de amins primárias e secundárias e, para o terceiro e último teste utilizou-se a Cinemática de Solubilidade no sentido de identificar a presença de óleo de silicone.

#### **C1) Análise por meio da ICP-MS para detecção de metais**

Uma pequena quantidade da amostra do primeiro uso da pasta B foi levada ao aparelho de Espectrometria (ICP-MS, ELAN DRC II, Perkin Elmer). Esse aparelho forneceu um relatório impresso com a identificação e concentração dos metais presentes na amostra.

#### **C2) *Spot Test para Detecção de Amins Primárias e Secundárias.***

Em um disco de papel filtro foi dispensada uma gota da solução saturada de *p*-dimetilaminobenzaldeído (solução reagente). Após a secagem do papel, depositou-se uma gota da amostra referente ao primeiro uso da pasta B, previamente diluída em éter. Em outro disco de papel filtro, sem a impregnação com a solução reagente, depositou-se uma gota da solução etérea da pasta B (controle). Ambos os discos de papel foram levados ao forno a 100°C, por 3 minutos. A coloração amarronzada no disco previamente impregnado com a solução reagente indicou a presença de amins na amostra analisada. A comprovação do teste é verificada pela não alteração da coloração no disco de papel controle, ou seja, sem a solução reagente.

### *C3) Cinemática de solubilidade*

Para avaliar a presença de óleo de silicone na amostra da porção do primeiro uso da pasta B realizou-se um teste bastante simples, fundamentado na propriedade da baixa solubilidade do óleo em água. Assim, adicionou-se água destilada e deionizada em um tubo de ensaio contendo a amostra do material. A presença de óleo de silicone na amostra proporciona a formação de duas fases distintas entre as substâncias, sendo uma inferior referente à água e a outra superior referente ao óleo.

### **D) Análise estatística dos dados**

Inicialmente, montou-se um arquivo de dados referente aos valores obtidos em cada um dos quatro testes propostos. Os arquivos foram submetidos, individualmente, ao teste de Kolmogorov-Smirnov com objetivo de verificar a normalidade da distribuição amostral. Constatada a normalidade, os dados foram analisados por meio

do teste ANOVA *one-way* e pós-teste de Tukey, com nível de significância de 5% ( $\alpha = 0,05$ ).





# ***R*ESULTADOS**

---

---



### Tempo de endurecimento

Os valores originais referentes às cinco repetições da análise do tempo de endurecimento para os períodos de zero (primeiro uso), 30, 90 e 360 dias de armazenamento, estão expressos na Tabela IV.

**Tabela IV.** Valores originais, média e desvio padrão do tempo de endurecimento (min) conforme os tempos de análise.

	<b>T0</b>	<b>T30</b>	<b>T90</b>	<b>T360</b>
	595	489	492	475
	589	490	483	478
	598	496	487	481
	594	498	494	477
	608	500	496	482
<b>Média ± DP</b>	<b>596,80±7,05</b>	<b>494,60±4,88</b>	<b>490,40±5,32</b>	<b>478,60±2,88</b>

Um arquivo de dados referente ao tempo de endurecimento do material foi submetido à testes preliminares com objetivo de verificar a normalidade da distribuição amostral. O teste estatístico sugerido foi a Análise de Variância (Tabela V) que demonstrou haver diferença estatística significativa entre os tempos analisados ( $p < 0,0001$ ).

**Tabela V.** Resultados da análise de variância referente à análise do tempo de endurecimento.

<b>Fator de variação</b>	<b>Soma dos quadrados</b>	<b>Grau de liberdade</b>	<b>Quadrado médio</b>	<b>Valor de F</b>	<b>Valor de P</b>
Tempos	45187,4	3	15062,467	547,229	0,000
Resíduo	440,4	16	27,525		
Variação total	45627,8	19			

A fim de identificar quais os períodos de tempo foram diferentes entre si, aplicou-se o teste complementar de Tukey-Kramer (Tabela VI).

**Tabela VI.** Teste de Tukey referente à análise do tempo de endurecimento.

<b>Tempo</b>	<b>Tempo de endurecimento (min)</b>
T0	596,80 ( $\pm 7,05$ ) <sup>a</sup>
T30	494,60 ( $\pm 4,88$ ) <sup>b</sup>
T90	490,40 ( $\pm 5,32$ ) <sup>b</sup>
T360	478,60 ( $\pm 2,88$ ) <sup>c</sup>
<b>Média <math>\pm</math> DP</b>	<b>515,10 <math>\pm</math> 4,87</b>

Letras diferentes nas colunas indicam diferenças estatísticas significantes ( $p < 0,05$ ).

O teste de Tukey evidenciou que o tempo de endurecimento do cimento AH Plus diminui ao longo do tempo. O cimento referente ao primeiro uso (T0) demorou em média  $596,80 \pm 7,05$  minutos para endurecer. Esse tempo foi estatisticamente diferente dos demais tempos ( $p < 0,0001$ ). Não houve diferença significativa entre os tempos T30 e T90 ( $p = 0,596$ ). No entanto, nesses dois períodos o tempo de endurecimento foi estatisticamente diferente em relação ao T360 ( $p < 0,01$ ).

### **Escoamento**

Os valores originais do escoamento do cimento obtidos por meio da média das três medidas dos diâmetros de cada corpo de prova estão expressos na Tabela VII.

**Tabela VII.** Valores originais (cm), média e desvio padrão do escoamento do cimento conforme os tempos de análise.

	<b>T0</b>	<b>T30</b>	<b>T90</b>	<b>T360</b>
	43,78	43,12	38,63	35,10
	42,85	42,93	38,63	35,25
	43,23	43,06	38,53	35,21
	43,78	43,28	38,37	34,88
	43,14	43,03	38,28	35,26
<b>Média ± DP</b>	<b>43,35±0,41</b>	<b>43,08±0,12</b>	<b>38,49±0,15</b>	<b>35,14±0,15</b>

O arquivo com os dados originais foi submetido à testes preliminares que acusou normalidade da distribuição amostral. Assim, os dados foram submetidos à Análise de Variância (Tabela VIII), que demonstrou haver diferença estatística significativa entre os tempos estudados ( $p < 0,0001$ ).

**Tabela VIII.** Resultados da análise de variância referente ao teste de escoamento.

<b>Fator de variação</b>	<b>Soma dos quadrados</b>	<b>Grau de liberdade</b>	<b>Quadrado médio</b>	<b>Valor de F</b>	<b>Valor de P</b>
Tempos	233,392	3	77,797	1317,3	0,000
Resíduo	0,945	16	0,059		
Varição total	234,337	19			

No sentido de verificar entre quais tempos o escoamento do cimento foi significativamente diferente entre si, aplicou-se o teste complementar de Tukey-Kramer (Tabela IX).

**Tabela IX.** Teste de Tukey referente à análise do escoamento do cimento.

<b>Tempo</b>	<b>Escoamento (cm)</b>
T0	43,35 ( $\pm 0,41$ ) <sup>a</sup>
T30	43,08 ( $\pm 0,12$ ) <sup>a</sup>
T90	38,49 ( $\pm 0,15$ ) <sup>b</sup>
T360	35,14 ( $\pm 0,15$ ) <sup>c</sup>
<b>Média <math>\pm</math> DP</b>	<b>40,02 <math>\pm</math> 3,94</b>

Letras diferentes nas colunas indicam diferenças estatísticas significante ( $p < 0,05$ ).

Baseado na tabela do teste de Tukey pode-se verificar que o escoamento do cimento AH Plus diminuiu com o decorrer do tempo. A menor média dos valores de escoamento foi observada no tempo T360 ( $35,14 \pm 0,15$ ), o qual apresentou diferença estatisticamente significante em relação aos demais tempos ( $p < 0,0001$ ). No tempo T90 a média dos valores de escoamento foi de  $38,49 \pm 0,15$ , sendo diferente estatisticamente ( $p < 0,0001$ ) dos tempos T30 ( $43,08 \pm 0,12$ ) e T0 ( $43,35 \pm 0,41$ ), os quais foram estatisticamente semelhantes entre si ( $p = 0,323$ ).

### **Solubilidade**

Os valores originais da solubilidade do cimento obtidos por meio da análise das amostras, duas a duas, estão expressos na Tabela X.

**Tabela X.** Valores originais, média e desvio padrão (%) da solubilidade do cimento conforme os tempos de análise.

	<b>T0</b>	<b>T30</b>	<b>T90</b>	<b>T360</b>
	0,27	0,42	0,11	0,09
	0,32	0,18	0,16	0,20
	0,39	0,32	0,13	0,16
	0,16	0,22	0,42	0,33
	0,53	0,10	0,25	0,18
<b>Média ± DP</b>	<b>0,33±0,13</b>	<b>0,25±0,12</b>	<b>0,21±0,12</b>	<b>0,19±0,87</b>

Um arquivo contendo os dados originais foi submetido aos testes preliminares, os quais acusaram haver normalidade da distribuição amostral. Dessa forma, realizou-se a Análise de Variância (Tabela XI) que indicou não haver diferença estatística significativa entre os tempos de avaliação.

**Tabela XI.** Resultados da Análise de Variância referente ao teste de solubilidade.

<b>Fator de variação</b>	<b>Soma dos quadrados</b>	<b>Grau de liberdade</b>	<b>Quadrado médio</b>	<b>Valor de F</b>	<b>Valor de P</b>
Tempos	0,058	3	0,019	1,335	0,298
Resíduo	0,233	16	0,015		
Varição total	0,292	19			

### **Alteração dimensional**

Os valores originais expressos em porcentagem (%) referentes à análise da alteração dimensional das cinco amostras de cimento, de acordo com os tempos propostos estão evidenciados na Tabela XII.

**Tabela XII.** Valores originais (%), média e desvio padrão da alteração dimensional do cimento conforme os tempos de análise.

	<b>T0</b>	<b>T30</b>	<b>T90</b>	<b>T360</b>
	1,68	0,84	0,84	0,84
	1,12	1,11	0,28	0,85
	0,56	0,84	1,12	0,84
	1,39	0,56	1,40	0,56
	0,84	1,12	0,85	1,13
<b>Média ± DP</b>	<b>1,12±0,44</b>	<b>0,89±0,23</b>	<b>0,90±0,41</b>	<b>0,84±0,20</b>

Um arquivo contendo os dados da tabela acima foi submetido aos testes preliminares que acusaram haver normalidade da distribuição amostral. A Análise de Variância (Tabela XIII) mostrou não haver diferença estatística significativa entre os tempos estudados.

**Tabela XIII** – Resultados da Análise de Variância referente ao teste de alteração dimensional.

<b>Fator de variação</b>	<b>Soma dos quadrados</b>	<b>Grau de liberdade</b>	<b>Quadrado médio</b>	<b>Valor de F</b>	<b>Valor de P</b>
Tempos	0,224	3	0,075	0,647	0,596
Resíduo	1,845	16	0,115		
Varição total	2,069	19			

### **Análise complementar**

#### a) Espectrometria de Massas com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS)

A análise por ICP-MS da porção referente ao primeiro uso da pasta B acusou a presença de diferentes tipos de metais: W, Zr, Ca, Al, Cd, Ba, Co, Cu, Mn, Pb, Se, Tl, Rb, Zn, Ni, Mg, V, U, Bi, Be, As, Cr, Ag e Fe (Anexos 1 e 2).



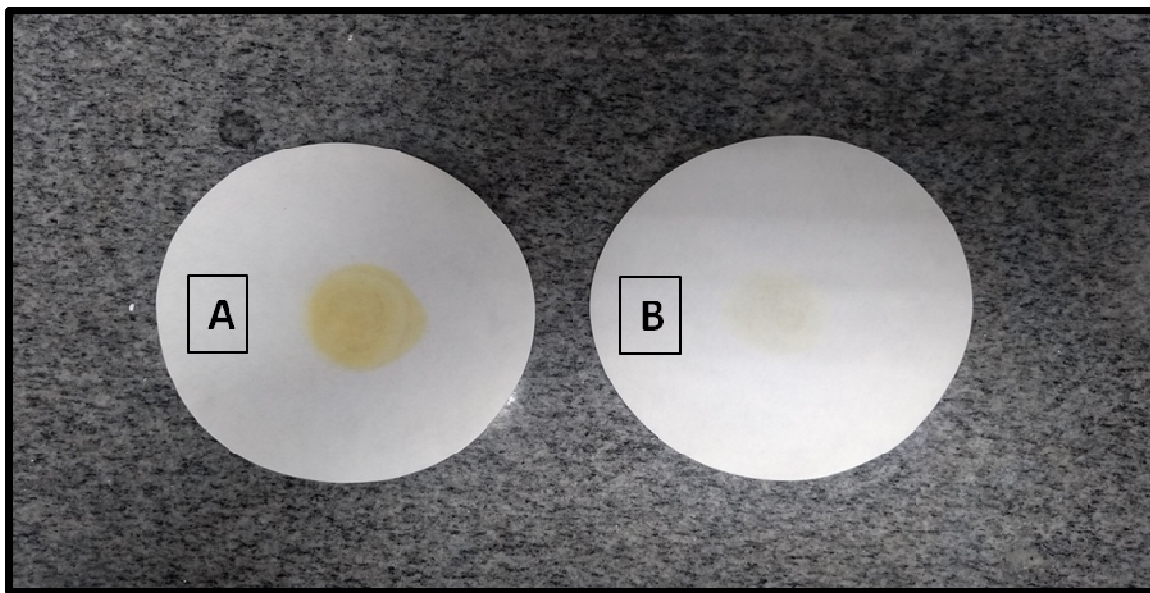
**Quadro 1.** Elementos químicos presentes na porção inicial da pasta B, detectados por meio do ICP-MS, e respectivas concentrações ( $\mu\text{g/L}$ ).

<b>Elemento químico</b>	<b>Concentração (<math>\mu\text{g/L}</math>)</b>
<i>Elementos da composição química</i>	
W	18163.368
Ca	5363.744
Zr	255457.199
<i>Elementos-traço de metais dos sais/ impurezas</i>	
As	53.909
Ba	58.057
Cd	652.837
Cr	10137.246
Cu	48.141
Ni	224.671
Pb	32.988
Se	61.950
Zn	466.155
Rb	21.431
Tl	12.515
Mg	769.720
V	205.073
U	13.136
Bi	19.355
Be	22.777
Co	21.397
Mn	28.726
Ag	2525.983
Fe	1976.788
Mg	769.720
Al	4517.399

Os elementos químicos W, Ca e Zr evidenciaram a presença de tungstênio de cálcio e óxido de zircônio na amostra. Os demais metais, bem provavelmente, são elementos-traço de metais dos sais existentes na pasta B, ou ainda, impurezas incorporadas durante o aviamento do material (Quadro 1).

b) *Spot Test para detecção de aminas primárias e secundárias*

Após a secagem em forno, o disco de papel filtro impregnado com a solução reagente e contendo a solução etérea da pasta B apresentou coloração marrom clara evidenciando a presença de aminas na amostra analisada (Figura 6).

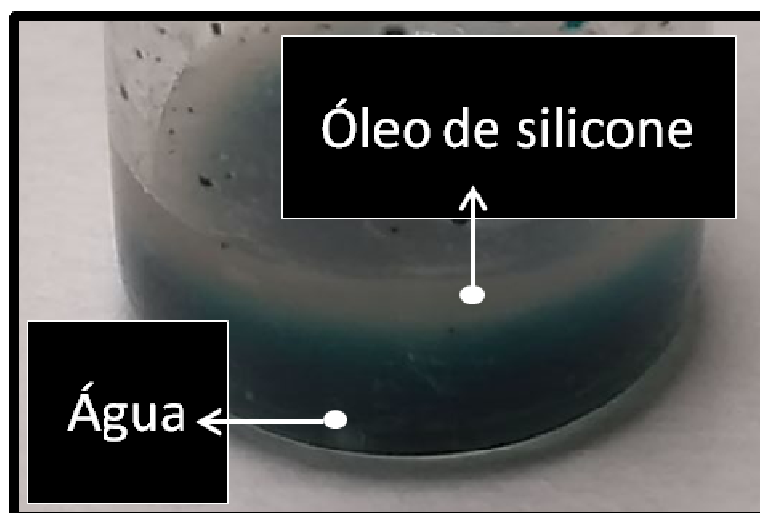


**Figura 6.** A) Disco de papel filtro com coloração marrom clara proveniente da reação entre as soluções reagente e etérea da amostra; B) disco de papel com a cor natural referente ao controle.

Segundo informações do fabricante as aminas presentes na pasta B são: Dibenzil-diamina, aminoadamantana e diamina triciclodecane.

c) *Cinemática de Solubilidade*

O presente teste evidenciou a presença de duas fases distintas entre as substâncias, sendo uma formada pela água e a outra, pelo óleo de silicone (Figura 7).



**Figura 7.** Imagem das duas fases formadas entre o óleo de silicone e a água.







# ***DISCUSSÃO***

---

---





No sentido de facilitar a leitura e o entendimento do assunto o presente capítulo foi dividido em dois tópicos principais:

- 1- Discussão sobre o material e a metodologia empregada;
- 2- Discussão dos resultados obtidos.

### **1- Discussão sobre o material e a metodologia empregada**

O presente trabalho avaliou o tempo de endurecimento, escoamento, solubilidade e alteração dimensional do cimento AH Plus em diferentes tempos de armazenamento. A proposta do trabalho buscou esclarecer, principalmente, dúvidas de conotação clínica e de pesquisa. Uma delas, baseada na importância da manutenção das propriedades físico-químicas do material obturador ao longo do tempo de armazenamento. Sabe-se que as propriedades físico-químicas assumem papel fundamental na qualidade da obturação do sistema de canais radiculares e conseqüentemente, influência na preservação do caso clínico. O consumo de materiais na clínica diária depende, essencialmente, da demanda de pacientes e do tipo de procedimento a ser executado. Um clínico geral, bem provavelmente, tende a consumir o cimento obturador em um tempo muito maior que um especialista em Endodontia com a clientela já formada. Seja em uma situação ou outra, esclarecer se as propriedades do material se mantêm ou não com o tempo é de interesse para ambos profissionais.

O cimento AH Plus é considerado padrão ouro dentre os cimentos endodônticos (VERSIANI et al., 2006; PIAI et al., 2018; HUANG et al., 2018; VERTUAN et al., 2018; TEDESCO et al., 2018), assim tornou-se uma referência para os estudos dos cimentos obturadores de canal radicular (SAYGILI et al., 2017; FALCÃO et al., 2018; DONNERMEYER et al., 2019; ELYASSI et al., 2019). Logo, a

segunda dúvida foi esclarecer se as propriedades físico-químicas desse material, especificamente, se alteram com o decorrer do tempo.

A padronização dos testes em um experimento permite a reprodutibilidade e posterior comparação entre os estudos (VIAPIANA et al., 2014). Particularmente, para os testes referentes às propriedades físico-químicas, utiliza-se a especificação nº 57 da ANSI/ADA (2000) como padrão (FLORES et al., 2011; BORGES et al. 2012; DUARTE et al., 2012; CAVENAGO et al., 2014; GANDOLFI et al., 2016; KHALIL, NAAMAN, CAMILLERI, 2016; PRÜLLAGE et al., 2016; LEE et al., 2017; VERTUAN et al., 2018). Em especial, a especificação para cimentos endodônticos apresenta metodologia detalhada, complexa, dispendiosa e demorada (RUIZ-LINARES et al., 2013). Dessa forma, adotou-se as modificações propostas por Carvalho-Junior et al. (2007), no sentido de simplificar a metodologia original e assegurar a obtenção de resultados confiáveis. Os autores sugerem a diminuição das dimensões das amostras, tornando assim, a realização dos testes menos dispendiosa, bem como, o uso do material de forma racional (CARVALHO-JUNIOR et al., 2007; FLORES et al., 2011; VIAPIANA et al., 2014).

Para realização do experimento foram confeccionados cinco corpos de prova para cada tempo proposto nos testes. A quantidade de amostras foi baseada em estudos anteriores (VERSIANI et al., 2006; ASGARY et al., 2008). O número da amostra do experimento é importante para assegurar a confiabilidade dos resultados. Trabalhos aceitos pela literatura, referentes ao tempo de endurecimento do cimento endodôntico, utilizaram apenas três corpos de prova (MORAES, 1984; DUARTE, 1999; BALDI et al., 2012).

## 2- Discussão dos resultados obtidos

O tempo de endurecimento de um cimento endodôntico deve ser o suficiente para permitir o preenchimento do canal radicular (MASSI et al., 2011; VIAPIANA et al., 2014). Segundo a norma número 57 da ANSI/ADA, os resultados referentes à esse tempo devem estar dentro de uma variação de até 10% da estabelecida pelo fabricante. No presente estudo, nos tempos T30 (494 min.), T90 (490 min.) e T360 (478 min.), o AH Plus apresentou tempo de endurecimento médio adequado, atendendo os parâmetros da ANSI/ADA. Esses resultados estão coerentes com os encontrados na literatura (MCMICHEN et al., 2003; VERSIANI et al., 2006; CAMARGO et al., 2017). No entanto, no tempo T0 (596 min.) observou-se um período mais longo, com diferença estatisticamente significativa em relação aos demais tempos, excedendo os 10% (ANSI/ADA) das oito horas (480 min.) determinadas pelo fabricante. O endurecimento do cimento AH Plus ocorre, basicamente, por meio da reação de polimerização entre os monômeros da pasta A (resina epóxi de bisfenol-A e -B) e as substâncias ativadoras da pasta B (Dibenzil-diamina, aminoadamantana, diamina triciclodecane). Os componentes do cimento, o tamanho das partículas, a temperatura ambiente, a umidade relativa (FLORES et al., 2011; RUIZ-LINHARES et al., 2013; DUARTE et al., 2018), bem como, a porção da bisnaga em que as pastas são coletadas (BALDI et al., 2012) são fatores que podem influenciar o tempo de endurecimento. Além das substâncias comuns às duas pastas (tungstênio de cálcio, óxido de zircônio e silício), a pasta B é composta ainda por óleo de silicone. Observou-se no presente estudo, bem como no de Baldi et al. (2012), que a porção inicial do material que saía da pasta B, logo após a primeira abertura, mostrava-se mais fluida que as demais porções. Essa maior fluidez deve-se aos componentes líquidos da pasta, particularmente, ao óleo de silicone. Duas

aminas e o óleo de silicone são as únicas substâncias da fórmula que se apresentam na forma líquida. O óleo de silicone é um líquido claro, inerte, não inflamável e atóxico (SILVA et al., 2015). Sua função é de preservar a estabilidade das propriedades físicas, e proteger os componentes da pasta contra a desidratação e oxidação, mesmo em uma ampla faixa de temperatura (OCHI; SHINZI, 1999; SUH, 2004). Portanto, o óleo de silicone atua como veículo, não participando da reação de polimerização. Assim, se a maior fluidez da porção inicial da pasta fosse atribuída às aminas, o tempo de endurecimento tenderia a ser menor e não maior. A segregação das substâncias, particularmente observada nessa porção, aumentou o tempo de endurecimento do cimento. Tal observação nos leva a crer que quanto maior a quantidade de óleo de silicone na porção do AH Plus, maior o tempo de endurecimento. Dependendo dessa quantidade o cimento pode nem mesmo endurecer, como relatado em estudo prévio (BALDI et al., 2012). A variação da quantidade de óleo de silicone no primeiro uso da pasta B pode estar relacionada à temperatura na qual o material foi armazenado. Sabe-se que a viscosidade de um líquido é inversamente proporcional à temperatura. Assim, a exposição do cimento à temperaturas elevadas, diminui a viscosidade, e conseqüentemente, aumenta a fluidez do material. No presente estudo, os cimentos foram armazenados à temperatura de  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  por 48 horas, antes da realização do experimento. Essa mesma condição de temperatura foi mantida durante todo o período experimental. Importante frisar que a temperatura de armazenamento do cimento nem sempre é a mesma das condições do experimento. Os estudos referentes às propriedades físico-químicas do AH Plus não mencionam as condições e nem o tempo de armazenamento do cimento, no máximo, a temperatura e condições de umidade do local de trabalho. Isso pode explicar os diferentes resultados referentes ao tempo de

endurecimento relatados na literatura: Nielsen et al., 2006 (1440 min.); Flores et al., 2011 (580 min.); Schäfer et al., 2015 (630 min.); e Prüllage et al., 2016 (612 min.).

Com base no presente resultado, pode-se especular que, uma vez abertas as bisnagas das pastas A e B, a reação de polimerização ocorrerá em tempo cada vez menor. O endurecimento do cimento cada vez mais tardio deve-se, bem provavelmente, à oxidação dos seus componentes. No entanto, respeitando o tempo máximo de armazenamento no presente estudo (360 dias), a redução do tempo de endurecimento ainda atende as especificações da ANSI/ADA. Porém, essa observação não recai à amostra obtida no primeiro uso (T0), na qual observou-se grande quantidade de óleo de silicone na pasta B. Deve-se ressaltar ainda, que a redução do tempo de endurecimento pode também, implicar na diminuição do tempo de trabalho, o que merece melhor avaliação.

O escoamento é uma propriedade física importante uma vez que desempenha papel fundamental no preenchimento de istmos, ramificações do canal radicular e de espaços entre os cones de guta-percha (McMICHEN et al., 2003; RUIZ-LINARES et al., 2013; PIAI et al., 2018). No presente estudo, o escoamento do AH Plus variou de forma estatisticamente significativa, diminuindo em função do tempo de armazenamento. É coerente deduzir que se o tempo de endurecimento diminui com o tempo, proporcionalmente o escoamento também tende a diminuir. Deve-se ressaltar que desde o início da avaliação até o final dos 360 dias, os valores referentes ao escoamento foram consistentes com o mínimo exigido (20 mm) pela ANSI/ADA (2000). Valores condizentes ao do presente estudo foram relatados por Versiani et al. (2006) (38,57 mm), Camargo et al. (2017) (36,42 mm) e Tanomaru-Filho et al. (2017) (21,41 mm). No entanto, Vertuan et al. (2018) não obtiveram resultados tão satisfatórios (19,81mm). Por outro lado, é importante salientar que o

escoamento excessivo pode provocar o extravasamento do cimento além do forame apical (SIQUEIRA-JR; FRAGA; GARCIA, et al., 1995; VIAPIANA et al., 2014). O cimento endodôntico em contato com os tecidos periapicais pode induzir um processo inflamatório (NAIR, 2004), uma vez que o AH Plus apresenta citotoxicidade moderada aos osteoblastos humanos (TROIANO et al., 2018). A citotoxicidade dos cimentos resinosos parece estar relacionada à liberação de resina epóxi de bisfenol A e ao tipo de polimerização promovida pelas aminas (AL-HIYASAT et al., 2010; TROIANO et al., 2018).

A solubilidade do cimento endodôntico é a perda de massa, em porcentagem (%), durante o período de imersão do material em água (CARVALHO- JUNIOR et al., 2007; VIVAN et al., 2010; RUIZ-LINARES et al., 2013; DUARTE et al., 2012; CAVENAGO et al., 2014; JAFARI; JAFARI, 2017; ELYASSI et al., 2019). A dissolução dos cimentos endodônticos pode provocar a liberação de substâncias irritantes aos tecidos periapicais (TROIANO et al., 2018), bem como, permitir a formação de lacunas na massa obturadora, favorecendo a infiltração bacteriana ao longo do tempo (FLORES et al., 2011; COLOMBO et al., 2018). No presente estudo, o AH Plus manteve a porcentagem de solubilidade, nos 360 dias do experimento, abaixo do limite máximo padronizado pela ANSI/ADA (3%). Essa propriedade não sofreu alteração ao longo do tempo de armazenamento, visto que a solubilidade foi semelhante estatisticamente entre os períodos de avaliação. A baixa solubilidade encontrada deve-se à resina epóxica que constitui a base do cimento AH Plus, a qual é praticamente insolúvel (CARVALHO-JUNIOR et al., 2007). Resultados semelhantes e que corroboram o do presente estudo foram relatados na literatura (CARVALHO-JUNIOR et al., 2007; RESENDE et al., 2009; DUARTE et al., 2010; MARÍN-BAUZA et al., 2010; MARCIANO et al., 2011; FLORES et al., 2011;

BORGES et al., 2012; RUIZ-LINARES et al., 2013; VIAPIANA et al., 2014; CAMARGO et al., 2017; COLOMBO et al., 2018; VERTUAN et al., 2018; PRÜLLAGE et al., 2016; ELYASSI et al., 2019). Trabalho prévio mostrou que a baixa solubilidade do AH Plus ocorre tanto em meio aquoso quanto em solução salina (PRÜLLAGE et al., 2016).

A padronização ANSI/ADA (2000) recomenda que a média da contração linear do cimento endodôntico não deve exceder 1% ou 0,1% em expansão. No presente estudo, a média de expansão do AH Plus foi estatisticamente semelhante entre os tempos de armazenamento e acima de 0,1%, excedendo o limite máximo preconizado pela ANSI/ADA. A expansão do cimento AH Plus acima da média deve-se à absorção de água da resina epóxi após a reação de polimerização, com consequente ganho de massa (CARVALHO-JUNIOR et al., 2007; FLORES et al. 2011). Resultados semelhantes foram relatados na literatura (CARVALHO-JUNIOR et al., 2007; FLORES et al. 2011; MARÍN-BAUZA et al., 2011; VIAPIANA et al., 2014). Tanomaru-Filho et al. (2017) avaliaram a alteração volumétrica de diferentes cimentos endodônticos, por meio de Micro-CT. Todos os cimentos avaliados, dentre eles o AH Plus, apresentaram aumento do volume nos primeiros 7 dias. Os autores ressaltaram que a alteração volumétrica não depende somente da solubilidade, mas também da expansão e contração do cimento. No presente estudo a solubilidade do AH Plus manteve-se estável nos 360 dias e dentro da padronização ANSI/ADA. A expansão do cimento, apesar de excessiva em relação à padronização ANSI/ADA, também se manteve estável durante todo o período de armazenamento. Dessa forma, é sugestivo pensar que a expansão do cimento esteja relacionada à solubilidade.

As análises dos testes complementares mostraram que na amostra referente ao primeiro uso da pasta B, há presença de todos os componentes listados pelo fabricante (aminas, tungstênio de cálcio, óxido de zircônio, silício e óleo de silicone). Os elementos-traço, bem como as impurezas estão presentes em quantidades bem inferiores aos elementos químicos da fórmula. Nesse sentido, não foi encontrado nenhum elemento químico que pudesse provocar modificações no desempenho do cimento AH Plus ou que pudesse justificar diferença no comportamento nos diferentes tempos de armazenamento.

A consistência mais fluida e transparente da pasta obtida no primeiro uso (T0) deve-se, a maior quantidade de óleo de silicone em relação aos demais componentes. A heterogeneidade observada nessa amostra sugere suspensão dos reagentes no óleo de silicone e conseqüente formação desuniforme do polímero (OCHI; SHINZI, 1999). Para que a reação de polimerização se manifeste plenamente, a proporção entre os monômeros da pasta A e os ativadores da pasta B deve ser mantida na razão de 1:1. A segregação dos componentes pode alterar a relação monômero/ativador e provocar variação nas propriedades físico-químicas do cimento, prejudicando os resultados clínicos (BALDI et al., 2012). Na amostra do cimento (T0), na qual havia maior quantidade de óleo de silicone, observou-se o maior tempo de endurecimento e o menor escoamento. O excesso de óleo na amostra T0, pode ter resultado em diminuição dessa substância no restante da bisnaga. Conseqüentemente, a quantidade de óleo remanescente evitou a oxidação mas não manteve a hidratação dos componentes ao longo do tempo de armazenamento. Segundo o fabricante, o prazo de validade do cimento AH Plus são de 12 meses, no entanto, é pertinente afirmar que o tempo de endurecimento e a solubilidade do material sofrem alterações nos primeiros 360 dias.



Em suma, as propriedades físico-químicas do AH Plus, com exceção da alteração dimensional, atenderam aos parâmetros da ANSI/ADA, no período de armazenado de 360 dias. Deve-se ressaltar que as alterações das propriedades do cimento endodôntico podem estar relacionadas ainda, à técnica de espatulação inadequada, dosagem incorreta do material e tempo prolongado em que as bisnagas permaneceram abertas. No entanto, em função das alterações observadas no tempo de endurecimento, novos estudos devem ser realizados visando desvendar, mais detalhadamente, a quantidade de óleo de silicone que permanece na bisnaga e relacionar com o processo de oxidação dos componentes. Destaca-se ainda, a necessidade de investigar o comportamento das propriedades biológicas ao longo do tempo de armazenamento.







# ***C*ONCLUSÕES**

---

---



Com base nos resultados obtidos pode-se concluir que:

- 1- As propriedades físico-químicas do AH Plus sofrem alterações ao longo do tempo de armazenamento; o tempo de endurecimento e escoamento tendem a diminuir.
- 2- As propriedades de solubilidade e alteração dimensional não se alteraram no período de 360 dias de armazenamento.
- 3- Com exceção da alteração dimensional, as demais propriedades físico-químicas atenderam as especificações nº 57 ANSI/ADA, no decorrer do período do experimento.
- 4- A amostra da pasta B, obtida no primeiro uso, é constituída por todos os componentes da fórmula, com predominância do óleo de silicone.









## ***REFERÊNCIAS***

---

---



ACCARDO, C.; HIMEL, V. T.; LALLIER, T. E. A Novel GuttaFlow Sealer Supports Cell Survival and Attachment. **Journal of Endodontics**, v. 40, n. 2, p. 231–234, 2014.

AKCAY, M.; ARSLAN, H.; DURMUS, N.; MESE, M.; CAPAR, I. D.; BIOSEAL, F. Dentinal Tubule Penetration of AH Plus, iRoot SP, MTA Fillapex, and GuttaFlow Bioseal Root Canal Sealers After Different Final Irrigation Procedures: A Confocal Microscopic Study. **Lasers in Surgery and Medicine**, v. 48, January, p. 70–76, 2016.

AL-HADDAD, A.; AZIZ, A. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. **International Journal of Biomaterials**, v. 2016, p. 1-10, 2016

AL-HIYASAT, A. S.; TAYYAR, M.; DARMANI, H. Cytotoxicity evaluation of various resin based root canal sealers. **International Endodontic Journal**, v. 43, n. 2, p. 148–153, 2010.

American Dental Association. Specification 57: Endodontic Filling Material, 2000.

ASGARY, S.; KAMRANI, F. A. Antibacterial effects of five different root canal sealing materials. **Journal of oral science**, v. 50, n. 4, p. 469–74, 2008.

BALDI, J. V.; BERNARDES, R. A.; DUARTE, M. A. H.; CAVENAGO, B. C. Variability of physicochemical properties of an epoxy resin sealer taken from different parts of the same tube. **International Endodontic Journal**, 46, p. 915–920, 2012.

BARABA, A.; ZELJEZIC, D.; MLADINIC, M.; ANIC, I.; MILETIC, I. Evaluation of cytotoxic and genotoxic effects of two resin-based root canal sealers and their components on human leucocytes in vitro. **International Endodontic Journal**, v. 44, p. 652-661, 2011

BILGI, K.; KOSELER, P.; GUNERI, P.; HULSMANN, M.; CALISKAN, K. Efficiency and apical extrusion of debris: a comparative ex vivo estudy of four retreatment techniques in severely curved root canals. **International Endodontic Journal**, v. 50, p. 910-918, 2017

BORGES, R.; SOUSA-NETO, M.; RACHED-JÚNIOR, F.; DE-DEUS, G.; MIRANDA, C.; PÉCOR, J. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. **Internation Endodontic Journal**, v. 46, p. 419–428, 2012.

CAMARGO, C.; OLIVEIRA, T.; SILVA, G.; RABELO, S.; VALERA, M.; CAVALCANTI, B. Setting Time affects in vitro biological properties of root canal sealers, **Journal of Endodontics**, v. 40, n. 4, 2014.

CAMARGO, R.; SILVA-SOUSA, Y.; ROSA, R.; MAZZI-CHAVES, J.; LOPES, F.; STEIER, L.; SOUSA-NETO, M. Evaluation of the physicochemical properties of silicone- and epoxy resin-based root canal sealers. **Brazilian Oral Research**, v. 31, p. 1–9, 2017.

CAMPS, J.; POMMEL, L.; BUKIET, F.; ABOUT, I. Influence of the power/liquid ratio on the properties of zinc oxide-eugenol-based root canal sealers. **Dental Materials**, v. 20, p. 915-923, 2004

CANADAS, P.; BERASTEGUI, E.; GATON-HERNANDEZ, P.; SILVA, L.; LEITE, G.; SILVA, R. Physicochemical Properties and Interfacial Adaptation of Root Canal Sealers. **Brazilian Dental Journal**, v. 25, n. 5, p. 435-441, 2014

CARVALHO-JUNIOR, J.; CORRER-SOBRINHO, L.; CORRER, A.; SINHORETI, M.; CANSANI, S.; SOUSA-NETO, M. Solubility and Dimensional Change after Setting of Root Canal Sealers: A Proposal for Smaller Dimensions of Test Samples. **Journal of Endodontics**, v. 33, n. 9, p. 1110-1116, 2007

CAVENAGO, B. C.; PEREIRA, T. C.; DUARTE, M. A. H.; MARCIANO, M. A.; BRAMANTE, C. M.; BERNARDINELLI, N. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, 47, p. 120–126, 2014.

COLOMBO, M.; POGGIO, C.; DAGNA, A.; MERAVINI, M.; RIVA, P.; TROVATI, F. Biological and physico-chemical properties of new root canal sealers. **Journal of Clinical and Experimental Dentistry**, v. 10, n. 2, 2018.

DE DEUS, G.; MARTINS, F.; GURGEL-FILHO, E. D.; MANIGLIA, C. F.; COUTINHO-FILHO, T. Analysis of the film thickness of a root canal sealer following three obturation techniques. **Brazilian Oral Research**, v. 17, n. 2, p. 119–125, 2003.

DE-DEUS, G.; BELLADONNA, F. G.; SOUZA, E. M.; SILVA, E. J. N. L.; PEREZ, R.; LOPES, R. T.; VERSIANI, M. A. Micro-CT Assessment on the Effect of dentinal micro-cracks after root canal filling procedures. **Internation Endodontic Journal**, 50(9), p 895-901, 2017.

DONNERMEYER, D.; BÜRKLEIN, S.; DAMMASCHKE, T.; SCHÄFER, E. Endodontic sealers based on calcium silicates : a systematic review. **Odontology**, v. 0, n. 0, p. 0, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s10266-018-0400-3>>.

DUARTE, M.A.H. **Avaliação de algumas propriedades físico-químicas do cimento AH Plus puro e acrescido de hidróxido de cálcio**. Bauru: Tese de Doutorado [Universidade de Bauru - Faculdade de Odontologia]. 1999

DUARTE, M. A. H.; ORDINOLA-ZAPATA, R.; BERNARDES, R. A.; BRAMANTE, C. M.; BERNARDINELI, N.; GARCIA, R.; MORAES, I. Influence of Calcium Hydroxide Association on the Physical Properties of AH Plus. **Journal of Endodontics**, v. 36, n. 6, p. 1048–1051, 2010.

DUARTE, M. A. H.; MINOTTI, P. G.; RODRIGUES, C. T.; ZAPATA, R. O.; BRAMANTE, C. M. Effect of Different Radiopacifying Agents on the Physicochemical Properties of White Portland Cement and White Mineral Trioxide Aggregate. **Journal of Endodontics**, v. 38, n. 3, p. 394–397, 2012.

DUARTE, M. A. H.; MARCIANO, M.; VIVAN, R.; TANOMARU-FILHO, M.; GUERREIRO-TANOMARU, J.; CAMILLERI, J. Tricalcium silicate-based cements : properties and modifications. **Brazilian Oral Research**, v. 32, p. 111–118, 2018.

ELYASSI, Y.; MOINZADEH, A. T.; KLEVERLAAN, C. J. Characterization of Leachates from 6 Root. **Journal of Endodontics**, v. 45, n. 5, p. 623-627, 2019.

FALCÃO, C.; LIMA, M.; JÚNIOR J.; FREITAS, S.; VERAS, E.; MOURA, L.; FALCÃO, L. Cement AH Plus Adhesiveness Assessment Associated with Mineral Trioxide

Aggregate in Different Proportions (Push-out Test). **The journal of contemporary dental practice** , V. 19, n. 12:1444-1448, 2019

FERRACANE, J. L.; GREENER, E. Fourier Transform Infrared Analysis of Degree of Polymerization in Unfilled Resins - Methods Comparison. **Journal of Dental Research**, v. 63, p. 1093-1095, 1984

FLORES, D. S. H.; RACHED-JÚNIOR, F.; VERSIANI, M.; GUEDES, D.; SOUSA-NETO, M.; PÉCORÁ, J. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. **International Endodontic Journal**, v. 44, p. 126-135, 2011.

FRANCESCHINI, K.; SILVA-SOUSA, Y.; LOPES, F.; PEREIRA, R.; PALMA, R.; SOUSA-NETO, M. Bond Strength of Epoxy Resin-Based Root Canal Sealer to Human Root Dentin Irradiated With Er, Cr: YSGG Laser. **Lasers in Surgery and Medicine**, v. 48, p. 985-994, 2016

GANDOLFI, M.; SIBONI, F.; PRATI, C. Properties of a novel polysiloxane-guttapercha calcium silicate-bioglass-containing root canal sealer. **Dental Materials**, v. 32, p. 113-126, 2016

GATEWOOD, R. S. Endodontic Materials. **Dental Clinics of North America**, v. 51, n. 3, p. 695–712, 2007.

GROSSMAN, L. Physical properties of root canal cement. **Journal of Endodontics**, v. 2, n. 6, p. 166-175, 1976

HUANG, Y.; ORHAN, K.; CELIKTEN, B.; ORHAN, A.; TUFENIKCI, P.; SEVIMAY, S. Evaluation of the sealing ability of different root canal sealers : a combined SEM and micro-CT study. **Journal of Applied Oral Science**, p. 1–8, 2018.

JAFARI, F.; JAFARI, S. Composition and physicochemical properties of calcium silicate based sealers : A review article. **Journal of Clinical Experimental Dentistry**, v. 9, n. 10, p. 1249–1255, 2017.

KHALIL, I.; NAAMAN, A.; CAMILLERI, J. Properties of Tricalcium Silicate Sealer. **Journal of Endodontic**, v. 42, n. 10, p. 1529-1535, 2016



LEE, J. K.; KWAK, S. W.; HA, J.-H.; LEE, W.; KIM, H.-C. Physicochemical Properties of Epoxy Resin-Based and Bioceramic-Based Root Canal Sealers. **Bioinorganic Chemistry and Applications**, v. 2017, n. 57, p. 1–8, 2017.

MARCIANO, M. A.; GUIMARÃES, B. M.; ORDINOLA-ZAPATA, R.; BRAMANTE, C. M.; CAVENAGO, B. C.; GARCIA, R. B.; BERNARDINELLI, N.; ANDRADE, F. B.; MORAES, I. G.; DUARTE, M. A. H. Physical Properties and Interfacial Adaptation of Three Epoxy Resin – based Sealers. **Journal of Endodontics**, v. 37, n. 10, 2011.

MARIN-BAUZA, G. A.; RACHED-JUNIOR, F. J. A.; SOUZA-GABRIEL, A. E.; DAMIA, M.; EDUARDO, C.; MIRANDA, S.; SILVA-SOUSA, Y. T. C. Physicochemical Properties of Methacrylate Resin – based Root Canal Sealers. **Journal of Endodontics**, v. 36, n. 9, 2010.

MARTINS, C.; LEONI, G.; ARID, J.; QUEIROZ, A.; SILVA, L.; SOUSA-NETO, M. Influence of therapeutic cancer radiation on the bond strenght of na epoxy- or na MTA- based sealer to root dentine. **International Endodontic Journal**, v. 49, p. 1065-1072, 2016.

MASSI, S.; TANOMARU-FILHO, M.; SILVA, G.; DUARTE, M.; GRIZZO, L.; BUZALAF, M.; GUERREIRO-TANOMARU, M. Ph, calcium ion release, and setting time of an Experimental Mineral Trioxide Aggregate-based Root Canal Sealer. **Journal of Endodontic**, v. 37, n. 6, p. 844-846, 2011.

MCMICHEN, F. R. S.; PEARSON, G.; RAHBARAN, S.; GULABIVALA, K. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. **International Endodontic Journal**, v. 36, n. 9, p. 629–635, 2003.

MORAES, I. **Propriedades físicas de cimentos epóxicos experimentais para obturação de canais radiculares, baseados no AH 26**. Bauru: Tese de doutorado [Universidade de Bauru - Faculdade de Odontologia de Bauru]. 1984

NAIR, P.N. Pathogenesis of apical periodontitis and the causes of endodontic failures. **Critical Reviews in Oral Biology and Medicine**, v. 15, p. 348-381, 2004.

NIELSEN, B. A.; BEELER, W. J.; VY, C.; BAUMGARTNER, J. C. Setting times of resilon and other sealers in aerobic and anaerobic environments. **Journal of**

**Endodontics**, v. 32, n. 2, p. 130–132, 2006.

OCHI, M.; SHIMAOKA, S. Phase Structure and Toughness of Silicone-Modified Epoxy Resin with Added Aramid-Silicone Block Copolymer. **Polymer**, v. 40, p. 1305-1312, 1999.

ORSTAVIK, D. Physical properties of root canal sealers: measurement of flow, working time, and compressive strength. **International Endodontic Journal**, v. 16, p. 99-107, 1983

ORSTAVIK, D. Materials used for root canal obturation: technical biological and clinical testing. **Endodontic Topic**, v. 12, p. 25-38, 2005.

PAKDEETHAI, S.; ABUZAR, M.; PARASHOS, P. Fracture patterns of glass-ionomer cement overlays versus stainless bands during endodontic treatment: an ex-vivo study. **International Endodontic Journal**, v.46, p. 1115-1125, 2013

PIAI, G.; DUARTE, M. A. H.; NASCIMENTO, A. L.; ROSA, R. A.; SÓ, M V. R.; VIVAN, R. R. Penetrability of a new endodontic sealer : A confocal laser scanning microscopy evaluation. **Microscopy Research and Technique**, v. 81, p. 1–4, 2018.

PRÜLLAGE, R. K.; URBAN, K.; SCHÄFER, E.; DAMMASCHKE, T. Material Properties of a Tricalcium Silicate-containing, a Mineral Trioxide Aggregate-containing, and an Epoxy Resin-based Root Canal Sealer. **Journal of Endodontics**, v. 42, n. 12, p. 1784–1788, 2016.

RACHED-JUNIOR, F.; SOUSA-NETO, M.; SOUZA-GABRIEL, A.; DUARTE, M.; SILVA-SOUZA, Y. Impact of remaining zinc oxide-eugenol-based sealer on the bond strength of a resinous sealer to dentine after root canal retreatment. **International Endodontic Journal**, v. 47, p. 463-469, 2014

RESENDE, L. M.; RACHED-JUNIOR, F. J. A.; VERSIANI, M. A.; SOUZA-GABRIEL, A. E.; MIRANDA, C. E. S.; SILVA-SOUZA, Y. T. C.; SOUSA NETO, M. D. A comparative study of physicochemical properties of AH plus, epiphany, and epiphany SE root canal sealers. **International Endodontic Journal**, v. 42, n. 9, p. 785–793, 2009.

RUIZ-LINARES, M.; BAILÓN-SÁNCHEZ, M. E.; BACA, P.; VALDERRAMA, M.; FERRER-LUQUE, C. M. Physical properties of AH plus with chlorhexidine and cetrimide. **Journal of Endodontics**, v. 39, n. 12, p. 1611–1614, 2013.

SAYGILI, G.; SAYGILI, S.; TUĞLU, I.; CAPAR, I. In vitro cytotoxicity of GuttaFlow Bioseal, GuttaFlow 2, AH Plus and MTA Fillapex. **Iranian Endodontic Journal**, v. 12, n. 3, p. 354-359, 2017

SCHÄFER, E.; BERING, N.; BÜRKLEIN, S. Selected physicochemical properties of AH Plus , EndoREZ and RealSeal SE root canal sealers. **Odontology**, p. 61–65, 103, 2015.

SILVA, R.; SILVEIRA, F.; HORTA, M.; DUARTE, M.; CAVENAGO, B.; MORAIS, I.; NUNES, E. Filling Effectiveness and Dentinal Penetration of Endodontic Sealers : A Stereo and Confocal Laser Scanning Microscopy Study. **Brazilian Dental Journal**, v. 26, p. 541–546, 2015.

SILVA, E.; CARVALHO, N.; PRADO, M.; ZANON, M.; SENNA, P.; SOUZA, E.; DE-DEUS, G. Push-out Bond Strenght of Injectable Pozzolan-based Root Canal Sealer, **Journal of Endodontic**, v. 42, n. 11, p. 1656-1659, 2016

SIQUEIRA JR, J.; FRAGA, R.; GARCIA, P. Evaluation of sealing ability , pH and flow rate of three calcium hydroxide-based sealers. **Endodontics and Dental Traumatology**, v. 11, p. 225–229, 1995.

SHARMA, D.; GROVER, R.; PINNAMENENI, P.; DEY, S.; RAJU, P. Evaluation of efficacy of combinations of five endodontic sealers with five antibiotics against Enterococcus Faecalis - An in-vitro study. **Journal of International Oral Health**, v. 6, n. 2, p.90-95, 2014

SHOURGASHTI, Z.; KESHVARI, H.; TORABZADEH, H.; ROSTAMI, M.; BONAKDAR, S.; ASGARY, S. Physical Properties, Cytocompatibility and Sealability of HealApex (a Novel Premixed Biosealer). **Iranian Endodontic Journal**, v. 13, n. 3, p. 299-304, 2018

STANSBURY, J.; DICKENS, S. Determination od double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. **Dental Materials**, v. 17, p. 71-79, 2001

SUH, B. M. asters of Esthetic Dentistry. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 16, n. 5, p. 316-323, 2004

SOUZA, M.A.; LANA, D.; GABRIELLI, E.; RIBEIRO, M.; MIYAGAKI, D.; CECCHIN, D. Effectiveness of final decontamination protocols against *Enterococcus faecalis* and its influence on bond strenght of filling material of root canal dentin. **Photodiagnosis and Photodynamic Therapy**, v. 17, p. 92–97, 2017

SOSTENA, M.; NOGUEIRA, R.; GRANDINI, C.; MORAES, J. Glass Transition and Degree of Conversion of a Light-Cured Orthodontic Composite. **Journal of Applied Oral Science**, v. 17, n. 6, p. 570-573, 2009.

TAY, F.; PASHLEY, D. Monoblocks in root canals - a hypothetical or a tangible goal. **Journal of Endodontic**, v. 33, n. 4, p. 391-398, 2007

TANOMARU-FILHO, M.; FERRARI, F.; TORRES, E.; NAVARRO, L. G.; STEIER, L.; GUERREIRO-TANOMARU, J. M. Physicochemical Properties and Volumetric Change of Silicone / Bioactive Glass and Calcium Silicate – based Endodontic Sealers. **Journal of Endodontics**, v. 43, n. 12, p. 2097–2101, 2017.

TEDESCO, M.; CHAIN, M. C.; BORTOLUZZI, E. A.; ROBERTI, F.; MARIA, A.; ALVES, H.; TEIXEIRA, C. S. Comparison of two observational methods , scanning electron and confocal laser scanning microscopies , in the adhesive interface analysis of endodontic sealers to root dentine. **Clinical Oral Investigations**, v. 22, p. 2353–2361, 2018.

TROIANO, G.; PERRONE, D.; DIOGUARDI, M.; BUONAVOGLIA, A.; ARDITO, F.; MUZIO, L. L. O. In vitro evaluation of the cytotoxic activity of three epoxy resin-based endodontic sealers. **Dental Materials Journal**, v. 37, n. 3, p. 374–378, 2018.

VERSIANI, M. A.; CARVALHO, J. R.; PADILHA, M. I. A. F.; LACEY, S.; PASCON, E. A.; SOUSA-NETO, M. D. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus™ and Epiphany™ root canal sealants. **International Endodontic Journal**, v. 39, n. 6, p. 464–471, 2006.

VERTUAN, G. C.; ANTONIO, M.; DUARTE, H.; MORAES, I. G. De; PIAZZA, B.; VASCONCELOS, B. D. C. Evaluation of Physicochemical Properties of a New Root

Canal Sealer. **Journal of Endodontics**, v. 44, n. 3, p. 501–505, 2018.

VIAPIANA, R.; FLUMIGNAN, D. L.; GUERREIRO-TANOMARU, J. M.; CAMILLERI, J.; TANOMARU-FILHO, M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. **International Endodontic Journal**, v. 47, n. 5, p. 437–448, 2014.

VIVAN, R. R.; ZAPATA, R. O.; ZEFERINO, M. A.; BRAMANTE, C. M.; BERNARDINELLI, N.; GARCIA, R. B.; HUNGARO DUARTE, M. A.; TANOMARU FILHO, M.; GOMES DE MORAES, I. Evaluation of the physical and chemical properties of two commercial and three experimental root-end filling materials. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology**, v. 110, n. 2, p. 250–256, 2010.

ZHOU, H.; SHEN, Y.; ZHENG, W.; LI, L.; ZHENG, Y. Physical Properties of 5 Root Canal Sealers. **Journal of Endodontic**, v. 39, n. 10, p. 1281–1286, 2013.









**A***NEXOS*

---



## Anexo 1- Calibração do aparelho e resultados do teste ICP-MS para detecção de metais

### Quantitative Analysis - Summary Report

#### Sample ID: Branco Curva

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:06:37

Sample Description:

Solution Type: Blank

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\Branco Curva.21101

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

### Summary

#### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
Al	27	3478.4	23.422	0.673			
Ba	138	126.6	6.115	4.831			
Cd	111	20.4	6.012	29.408			
Co	59	60.4	2.776	4.592			
Cu	63	588.5	14.258	2.423			
Mn	55	660.9	60.113	9.095			
Pb	208	80.4	2.037	2.532			
Se	82	4.2	10.867	256.010			
Tl	205	388.9	46.273	11.899			
Rb	85	1030.3	31.396	3.047			
Zn	66	848.5	58.526	6.898			
Ni	60	79.6	7.813	9.820			
Mg	24	928.0	36.078	3.887			
V	51	2724.4	33.556	1.232			
U	238	11.6	5.048	43.684			
Bi	209	90.2	6.842	7.584			
Be	9	7.6	4.073	53.913			
As	75	135.6	9.365	6.909			
Cr	52	9896.1	150.329	1.519			
Ag	107	1332.5	36.988	2.776			
Fe	57	14255.2	295.602	2.074			
Ca	43	515.1	19.430	3.772			

#### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
Al	27					ug/L
Ba	138					ug/L
Cd	111					ug/L
Co	59					ug/L
Cu	63					ug/L
Mn	55					ug/L
Pb	208					ug/L
Se	82					ug/L
Tl	205					ug/L
Rb	85					ug/L
Zn	66					ug/L
Ni	60					ug/L
Mg	24					ug/L
V	51					ug/L
U	238					ug/L
Bi	209					ug/L
Be	9					ug/L
As	75					ug/L
Cr	52					ug/L
Ag	107					ug/L
Fe	57					ug/L
Ca	43					ug/L

### Quantitative Analysis - Summary Report

#### Sample ID: 2ppb ME

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:12:24

Sample Description:

Solution Type: Standard

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\2ppb ME.21106

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

### Summary

#### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
Al	27	30033.1	673.068	2.241	3478.4	23.422	0.673
Ba	138	55031.5	1394.841	2.535	126.6	6.115	4.831
Cd	111	4510.0	195.917	4.344	20.4	6.012	29.408
Co	59	33739.9	1284.591	3.807	60.4	2.776	4.592
Cu	63	18461.8	449.584	2.435	588.5	14.258	2.423
Mn	55	38943.7	759.532	1.950	660.9	60.113	9.095
Pb	208	24603.9	568.472	2.310	80.4	2.037	2.532
Se	82	443.3	12.149	2.741	4.2	10.867	256.010
Tl	205	32793.3	1010.835	3.082	388.9	46.273	11.899
Rb	85	41188.2	600.153	1.457	1030.3	31.396	3.047
Zn	66	9742.6	728.317	7.476	848.5	58.526	6.898
Ni	60	9372.8	232.410	2.480	79.6	7.813	9.820
Mg	24	24152.9	121.062	0.501	928.0	36.078	3.887
V	51	30207.5	832.406	2.756	2724.4	33.556	1.232
U	238	35595.8	1003.149	2.818	11.6	5.048	43.684
Bi	209	34819.5	1059.053	3.042	90.2	6.842	7.584
Be	9	792.9	43.747	5.517	7.6	4.073	53.913
As	75	4698.1	203.547	4.333	135.6	9.365	6.909
Cr	52	45573.5	3472.146	7.619	9896.1	150.329	1.519
Ag	107	20342.3	236.891	1.165	1332.5	36.988	2.776
Fe	57	15826.2	92.637	0.585	14255.2	295.602	2.074
Ca	43	1180.5	37.394	3.168	515.1	19.430	3.772

#### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
Al	27	26554.656				ug/L
Ba	138	54904.968	2.000	0.051	2.5	ug/L
Cd	111	4489.564	2.000	0.087	4.4	ug/L
Co	59	33679.444	2.000	0.076	3.8	ug/L
Cu	63	17873.382				ug/L
Mn	55	38282.788	2.000	0.040	2.0	ug/L
Pb	208	24523.483	2.000	0.046	2.3	ug/L
Se	82	439.033	2.000	0.055	2.8	ug/L
Tl	205	32404.403	2.000	0.062	3.1	ug/L
Rb	85	40157.939	2.000	0.030	1.5	ug/L
Zn	66	8894.086				ug/L
Ni	60	9293.275	2.000	0.050	2.5	ug/L
Mg	24	23224.884				ug/L
V	51	27483.054	2.000	0.061	3.0	ug/L
U	238	35584.256	2.000	0.056	2.8	ug/L
Bi	209	34729.261	2.000	0.061	3.0	ug/L
Be	9	785.368	2.000	0.111	5.6	ug/L
As	75	4562.547	2.000	0.089	4.5	ug/L
Cr	52	35677.445				ug/L
Ag	107	19009.750				ug/L
Fe	57	1571.038				ug/L
Ca	43	665.395				ug/L

## Quantitative Analysis - Summary Report

### Sample ID: 5ppb

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:13:57

Sample Description:

Solution Type: Standard

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\5ppb.21107

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

## Summary

### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
Al	27	50571.4	351.957	0.696	3478.4	23.422	0.673
Ba	138	131118.5	613.024	0.468	126.6	6.115	4.831
Cd	111	11542.0	141.109	1.223	20.4	6.012	29.408
Co	59	85873.5	326.654	0.380	60.4	2.776	4.592
Cu	63	43785.6	581.720	1.329	588.5	14.258	2.423
Mn	55	96117.9	399.622	0.416	660.9	60.113	9.095
Pb	208	59071.8	425.455	0.720	80.4	2.037	2.532
Se	82	1174.6	23.412	1.993	4.2	10.867	256.010
Tl	205	82404.3	804.505	0.976	388.9	46.273	11.899
Rb	85	102934.1	338.156	0.329	1030.3	31.396	3.047
Zn	66	15570.2	405.981	2.607	848.5	58.526	6.898
Ni	60	20456.3	299.868	1.466	79.6	7.813	9.820
Mg	24	37920.7	501.904	1.324	928.0	36.078	3.887
V	51	72745.0	524.184	0.721	2724.4	33.556	1.232
U	238	90164.5	846.485	0.939	11.6	5.048	43.684
Bi	209	87679.0	241.401	0.275	90.2	6.842	7.584
Be	9	2008.7	70.875	3.528	7.6	4.073	53.913
As	75	11561.1	249.372	2.157	135.6	9.365	6.909
Cr	52	83427.7	299.707	0.359	9896.1	150.329	1.519
Ag	107	44195.2	101.323	0.229	1332.5	36.988	2.776
Fe	57	17080.5	97.885	0.573	14255.2	295.602	2.074
Ca	43	1309.0	79.413	6.067	515.1	19.430	3.772

### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
Al	27	47092.943				ug/L
Ba	138	130991.961	<b>4.967</b>	0.023	0.5	ug/L
Cd	111	11521.545	<b>5.018</b>	0.061	1.2	ug/L
Co	59	85813.014	<b>5.013</b>	0.019	0.4	ug/L
Cu	63	43197.185				ug/L
Mn	55	95456.991	<b>4.998</b>	0.021	0.4	ug/L
Pb	208	58991.306	<b>4.973</b>	0.036	0.7	ug/L
Se	82	1170.312	<b>5.043</b>	0.101	2.0	ug/L
Tl	205	82015.361	<b>5.008</b>	0.049	1.0	ug/L
Rb	85	101903.859	<b>5.010</b>	0.017	0.3	ug/L
Zn	66	14721.733				ug/L
Ni	60	20376.770	<b>4.905</b>	0.072	1.5	ug/L
Mg	24	36992.664				ug/L
V	51	70020.604	<b>5.013</b>	0.038	0.7	ug/L
U	238	90152.950	<b>5.009</b>	0.047	0.9	ug/L
Bi	209	87588.791	<b>5.006</b>	0.014	0.3	ug/L
Be	9	2001.111	<b>5.013</b>	0.178	3.5	ug/L
As	75	11425.570	<b>5.001</b>	0.109	2.2	ug/L
Cr	52	73531.681				ug/L
Ag	107	42862.624				ug/L
Fe	57	2825.305				ug/L
Ca	43	793.858				ug/L

## Quantitative Analysis - Summary Report

### Sample ID: 10ppb

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:15:30

Sample Description:

Solution Type: Standard

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\10ppb.21108

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

## Summary

### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
Al	27	92106.5	893.156	0.970	3478.4	23.422	0.673
Ba	138	261892.0	2393.643	0.914	126.6	6.115	4.831
Cd	111	23489.4	252.479	1.075	20.4	6.012	29.408
Co	59	175568.6	2019.616	1.150	60.4	2.776	4.592
Cu	63	87067.9	709.047	0.814	588.5	14.258	2.423
Mn	55	195598.4	1592.576	0.814	660.9	60.113	9.095
Pb	208	119091.5	1113.297	0.935	80.4	2.037	2.532
Se	82	2363.7	53.855	2.278	4.2	10.867	256.010
Tl	205	167484.8	1395.528	0.833	388.9	46.273	11.899
Rb	85	207113.1	290.597	0.140	1030.3	31.396	3.047
Zn	66	26088.9	278.215	1.066	848.5	58.526	6.898
Ni	60	41850.8	438.960	1.049	79.6	7.813	9.820
Mg	24	60571.8	1012.254	1.671	928.0	36.078	3.887
V	51	144207.7	626.161	0.434	2724.4	33.556	1.232
U	238	183914.6	310.265	0.169	11.6	5.048	43.684
Bi	209	180408.3	2310.760	1.281	90.2	6.842	7.584
Be	9	4022.7	61.438	1.527	7.6	4.073	53.913
As	75	22893.2	236.794	1.034	135.6	9.365	6.909
Cr	52	139302.4	1457.018	1.046	9896.1	150.329	1.519
Ag	107	89847.6	157.680	0.175	1332.5	36.988	2.776
Fe	57	19410.5	318.286	1.640	14255.2	295.602	2.074
Ca	43	1636.1	20.703	1.265	515.1	19.430	3.772

### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
Al	27	88628.054	<b>10.000</b>	0.101	1.0	ug/L
Ba	138	261765.426	<b>9.983</b>	0.091	0.9	ug/L
Cd	111	23468.976	<b>10.049</b>	0.108	1.1	ug/L
Co	59	175508.158	<b>10.056</b>	0.116	1.2	ug/L
Cu	63	86479.401	<b>10.000</b>	0.082	0.8	ug/L
Mn	55	194937.455	<b>10.046</b>	0.082	0.8	ug/L
Pb	208	119011.021	<b>10.007</b>	0.094	0.9	ug/L
Se	82	2359.467	<b>10.037</b>	0.229	2.3	ug/L
Tl	205	167095.904	<b>10.045</b>	0.084	0.8	ug/L
Rb	85	206082.867	<b>10.029</b>	0.014	0.1	ug/L
Zn	66	25240.455	<b>10.000</b>	0.110	1.1	ug/L
Ni	60	41771.228	<b>10.012</b>	0.105	1.1	ug/L
Mg	24	59643.778	<b>10.000</b>	0.170	1.7	ug/L
V	51	141483.266	<b>10.029</b>	0.044	0.4	ug/L
U	238	183903.059	<b>10.048</b>	0.017	0.2	ug/L
Bi	209	180318.028	<b>10.067</b>	0.129	1.3	ug/L
Be	9	4015.112	<b>10.013</b>	0.153	1.5	ug/L
As	75	22757.679	<b>9.991</b>	0.104	1.0	ug/L
Cr	52	129406.304	<b>10.000</b>	0.113	1.1	ug/L
Ag	107	88515.046	<b>10.000</b>	0.018	0.2	ug/L
Fe	57	5155.311				ug/L
Ca	43	1121.022				ug/L

## Quantitative Analysis - Summary Report

### Sample ID: 20ppb

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:17:01

Sample Description:

Solution Type: Standard

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\20ppb.21109

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

## Summary

### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
Al	27	163087.6	3242.972	1.988	3478.4	23.422	0.673
Ba	138	522673.1	5287.011	1.012	126.6	6.115	4.831
Cd	111	46898.4	537.024	1.145	20.4	6.012	29.408
Co	59	352708.5	1779.495	0.505	60.4	2.776	4.592
Cu	63	173475.6	1729.893	0.997	588.5	14.258	2.423
Mn	55	395740.6	2765.754	0.699	660.9	60.113	9.095
Pb	208	237964.5	744.116	0.313	80.4	2.037	2.532
Se	82	4833.1	69.561	1.439	4.2	10.867	256.010
Tl	205	340547.4	181.384	0.053	388.9	46.273	11.899
Rb	85	417619.7	1467.733	0.351	1030.3	31.396	3.047
Zn	66	47871.9	346.098	0.723	848.5	58.526	6.898
Ni	60	81320.3	805.558	0.991	79.6	7.813	9.820
Mg	24	109917.9	1038.999	0.945	928.0	36.078	3.887
V	51	290221.5	4970.557	1.713	2724.4	33.556	1.232
U	238	373970.9	1904.741	0.509	11.6	5.048	43.684
Bi	209	363979.8	3210.215	0.882	90.2	6.842	7.584
Be	9	8104.9	72.520	0.895	7.6	4.073	53.913
As	75	46398.1	301.632	0.650	135.6	9.365	6.909
Cr	52	263842.3	4857.818	1.841	9896.1	150.329	1.519
Ag	107	186444.3	2589.774	1.389	1332.5	36.988	2.776
Fe	57	24072.3	146.302	0.608	14255.2	295.602	2.074
Ca	43	2216.7	6.713	0.303	515.1	19.430	3.772

### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
Al	27	159609.126	<b>19.567</b>	0.398	2.0	ug/L
Ba	138	522546.532	<b>19.983</b>	0.202	1.0	ug/L
Cd	111	46878.003	<b>20.018</b>	0.229	1.1	ug/L
Co	59	352648.086	<b>20.050</b>	0.101	0.5	ug/L
Cu	63	172887.159	<b>19.998</b>	0.200	1.0	ug/L
Mn	55	395079.668	<b>20.087</b>	0.141	0.7	ug/L
Pb	208	237884.052	<b>20.001</b>	0.063	0.3	ug/L
Se	82	4828.855	<b>20.130</b>	0.290	1.4	ug/L
Tl	205	340158.544	<b>20.108</b>	0.011	0.1	ug/L
Rb	85	416589.421	<b>20.066</b>	0.071	0.4	ug/L
Zn	66	47023.456	<b>19.710</b>	0.145	0.7	ug/L
Ni	60	81240.785	<b>19.869</b>	0.197	1.0	ug/L
Mg	24	108989.838	<b>19.629</b>	0.187	1.0	ug/L
V	51	287497.130	<b>20.091</b>	0.347	1.7	ug/L
U	238	373959.305	<b>20.104</b>	0.102	0.5	ug/L
Bi	209	363889.601	<b>20.076</b>	0.177	0.9	ug/L
Be	9	8097.389	<b>20.047</b>	0.180	0.9	ug/L
As	75	46262.548	<b>20.075</b>	0.131	0.7	ug/L
Cr	52	253946.271	<b>19.924</b>	0.381	1.9	ug/L
Ag	107	185111.726	<b>20.176</b>	0.282	1.4	ug/L
Fe	57	9817.103	<b>20.000</b>	0.298	1.5	ug/L
Ca	43	1701.589	<b>20.000</b>	0.079	0.4	ug/L

## Quantitative Analysis - Summary Report

### Sample ID: 50ppb

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:18:48  
 Sample Description:  
 Solution Type: Standard  
 Blank File:  
 Number of Replicates: 3  
 Peak Processing Mode: Average  
 Signal Profile Processing Mode: Average  
 Dual Detector Mode: Dual  
 Dead Time (ns): 55

Sample File:  
 Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth  
 Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\50ppb.21110  
 Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun  
 Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac  
 Calibration File:  
 Calibration Type: External Calibration

### Summary

#### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
Al	27	394722.0	3912.709	0.991	3478.4	23.422	0.673
Ba	138	1324248.8	11009.416	0.831	126.6	6.115	4.831
Cd	111	118517.3	235.987	0.199	20.4	6.012	29.408
Co	59	895429.9	11436.243	1.277	60.4	2.776	4.592
Cu	63	433199.2	2707.609	0.625	588.5	14.258	2.423
Mn	55	1001286.8	8891.320	0.888	660.9	60.113	9.095
Pb	208	606376.4	9307.736	1.535	80.4	2.037	2.532
Se	82	12420.4	205.937	1.658	4.2	10.867	256.010
Tl	205	873533.1	2787.846	0.319	388.9	46.273	11.899
Rb	85	1058758.3	2879.938	0.272	1030.3	31.396	3.047
Zn	66	113407.9	598.729	0.528	848.5	58.526	6.898
Ni	60	194084.2	1282.781	0.661	79.6	7.813	9.820
Mg	24	255084.8	715.383	0.280	928.0	36.078	3.887
V	51	733754.5	4871.578	0.664	2724.4	33.556	1.232
U	238	952678.1	9027.669	0.948	11.6	5.048	43.684
Bi	209	931044.9	18244.435	1.960	90.2	6.842	7.584
Be	9	20390.8	301.980	1.481	7.6	4.073	53.913
As	75	118366.5	1087.440	0.919	135.6	9.365	6.909
Cr	52	647020.3	5027.494	0.777	9896.1	150.329	1.519
Ag	107	411423.9	1797.624	0.437	1332.5	36.988	2.776
Fe	57	37887.2	264.607	0.698	14255.2	295.602	2.074
Ca	43	3153.4	48.630	1.542	515.1	19.430	3.772

#### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
Al	27	391243.520	<b>49.649</b>	0.497	1.0	ug/L
Ba	138	1324122.241	<b>50.636</b>	0.421	0.8	ug/L
Cd	111	118496.882	<b>50.600</b>	0.101	0.2	ug/L
Co	59	895369.441	<b>50.906</b>	0.650	1.3	ug/L
Cu	63	432610.757	<b>50.007</b>	0.313	0.6	ug/L
Mn	55	1000625.895	<b>50.874</b>	0.452	0.9	ug/L
Pb	208	606295.937	<b>50.976</b>	0.783	1.5	ug/L
Se	82	12416.152	<b>51.758</b>	0.858	1.7	ug/L
Tl	205	873144.192	<b>51.614</b>	0.165	0.3	ug/L
Rb	85	1057727.990	<b>50.948</b>	0.139	0.3	ug/L
Zn	66	112559.407	<b>49.507</b>	0.263	0.5	ug/L
Ni	60	194004.620	<b>47.447</b>	0.314	0.7	ug/L
Mg	24	254156.767	<b>49.242</b>	0.139	0.3	ug/L
V	51	731030.125	<b>51.086</b>	0.340	0.7	ug/L
U	238	952666.545	<b>51.215</b>	0.485	0.9	ug/L
Bi	209	930954.727	<b>51.362</b>	1.007	2.0	ug/L
Be	9	20383.290	<b>50.463</b>	0.748	1.5	ug/L
As	75	118230.976	<b>51.304</b>	0.472	0.9	ug/L
Cr	52	637124.292	<b>49.998</b>	0.395	0.8	ug/L
Ag	107	410091.395	<b>49.031</b>	0.215	0.4	ug/L
Fe	57	23632.061	<b>49.736</b>	0.557	1.1	ug/L
Ca	43	2638.310	<b>46.106</b>	0.850	1.8	ug/L



## Quantitative Analysis - Summary Report

### Sample ID: 100ppb

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:20:13

Sample Description:

Solution Type: Standard

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\100ppb.21111

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

## Summary

### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
Al	27	791809.6	25915.472	3.273	3478.4	23.422	0.673
Ba	138	1868001.3	52909.386	2.832	126.6	6.115	4.831
Cd	111	241807.7	4386.492	1.814	20.4	6.012	29.408
Co	59	1824994.3	22283.664	1.221	60.4	2.776	4.592
Cu	63	871953.7	8395.419	0.963	588.5	14.258	2.423
Mn	55	1149054.4	19739.602	1.718	660.9	60.113	9.095
Pb	208	1242944.6	12677.622	1.020	80.4	2.037	2.532
Se	82	24594.9	256.321	1.042	4.2	10.867	256.010
Tl	205	1784931.9	16943.922	0.949	388.9	46.273	11.899
Rb	85	1247278.6	17039.759	1.366	1030.3	31.396	3.047
Zn	66	223841.5	2205.734	0.985	848.5	58.526	6.898
Ni	60	392723.2	6803.069	1.732	79.6	7.813	9.820
Mg	24	504851.4	14927.498	2.957	928.0	36.078	3.887
V	51	1484752.3	32479.195	2.188	2724.4	33.556	1.232
U	238	1954387.1	2465.548	0.126	11.6	5.048	43.684
Bi	209	1895199.0	21217.680	1.120	90.2	6.842	7.584
Be	9	41027.1	880.427	2.146	7.6	4.073	53.913
As	75	236803.2	793.040	0.335	135.6	9.365	6.909
Cr	52	1294849.6	21486.209	1.659	9896.1	150.329	1.519
Ag	107	946144.7	12102.885	1.279	1332.5	36.988	2.776
Fe	57	60218.4	995.665	1.653	14255.2	295.602	2.074
Ca	43	5352.2	174.413	3.259	515.1	19.430	3.772

### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
Al	27	788331.128	<b>100.009</b>	3.288	3.3	ug/L
Ba	138	1867874.753	<b>71.429</b>	2.023	2.8	ug/L
Cd	111	241787.262	<b>103.246</b>	1.873	1.8	ug/L
Co	59	1824933.842	<b>103.756</b>	1.267	1.2	ug/L
Cu	63	871365.260	<b>100.166</b>	0.965	1.0	ug/L
Mn	55	1148393.512	<b>58.386</b>	1.004	1.7	ug/L
Pb	208	1242864.138	<b>104.497</b>	1.066	1.0	ug/L
Se	82	24590.662	<b>102.508</b>	1.068	1.0	ug/L
Tl	205	1784542.974	<b>105.489</b>	1.002	0.9	ug/L
Rb	85	1246248.312	<b>60.029</b>	0.821	1.4	ug/L
Zn	66	222993.061	<b>99.550</b>	0.985	1.0	ug/L
Ni	60	392643.640	<b>96.028</b>	1.664	1.7	ug/L
Mg	24	503923.323	<b>99.444</b>	2.946	3.0	ug/L
V	51	1482027.846	<b>103.568</b>	2.270	2.2	ug/L
U	238	1954375.554	<b>105.066</b>	0.133	0.1	ug/L
Bi	209	1895108.748	<b>104.555</b>	1.171	1.1	ug/L
Be	9	41019.508	<b>101.553</b>	2.180	2.1	ug/L
As	75	236667.647	<b>102.698</b>	0.344	0.3	ug/L
Cr	52	1284953.599	<b>100.192</b>	1.675	1.7	ug/L
Ag	107	944812.129	<b>102.720</b>	1.316	1.3	ug/L
Fe	57	45963.206	<b>99.247</b>	2.150	2.2	ug/L
Ca	43	4837.117	<b>96.049</b>	3.463	3.6	ug/L

## Quantitative Analysis - Summary Report

### Sample ID: 200ppb

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:21:43

Sample Description:

Solution Type: Standard

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\200ppb.21112

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

## Summary

### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
Al	27	1548732.2	37177.753	2.401	3478.4	23.422	0.673
Ba	138	3636728.7	37217.701	1.023	126.6	6.115	4.831
Cd	111	479422.4	3031.469	0.632	20.4	6.012	29.408
Co	59	1924249.8	26513.619	1.378	60.4	2.776	4.592
Cu	63	1729202.4	7278.047	0.421	588.5	14.258	2.423
Mn	55	2230231.6	48774.326	2.187	660.9	60.113	9.095
Pb	208	2616514.5	15147.613	0.579	80.4	2.037	2.532
Se	82	49345.3	477.205	0.967	4.2	10.867	256.010
Tl	205	3615223.7	43276.006	1.197	388.9	46.273	11.899
Rb	85	2439768.0	18570.425	0.761	1030.3	31.396	3.047
Zn	66	445369.1	3770.299	0.847	848.5	58.526	6.898
Ni	60	777748.9	1597.964	0.205	79.6	7.813	9.820
Mg	24	980894.0	14448.461	1.473	928.0	36.078	3.887
V	51	1656680.8	22482.633	1.357	2724.4	33.556	1.232
U	238	6215484.1	20574.547	0.331	11.6	5.048	43.684
Bi	209	4046995.9	15114.894	0.373	90.2	6.842	7.584
Be	9	81986.3	196.045	0.239	7.6	4.073	53.913
As	75	474189.1	3411.978	0.720	135.6	9.365	6.909
Cr	52	1390342.3	10396.122	0.748	9896.1	150.329	1.519
Ag	107	1881339.4	9259.064	0.492	1332.5	36.988	2.776
Fe	57	103229.1	1427.805	1.383	14255.2	295.602	2.074
Ca	43	9364.4	122.054	1.303	515.1	19.430	3.772

### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
Al	27	1545253.793	<b>196.034</b>	4.716	2.4	ug/L
Ba	138	3636602.119	<b>139.067</b>	1.423	1.0	ug/L
Cd	111	479401.950	<b>204.711</b>	1.294	0.6	ug/L
Co	59	1924189.353	<b>109.399</b>	1.507	1.4	ug/L
Cu	63	1728613.971	<b>198.710</b>	0.837	0.4	ug/L
Mn	55	2229570.692	<b>113.355</b>	2.480	2.2	ug/L
Pb	208	2616434.073	<b>219.984</b>	1.274	0.6	ug/L
Se	82	49341.049	<b>205.683</b>	1.989	1.0	ug/L
Tl	205	3614834.800	<b>213.682</b>	2.558	1.2	ug/L
Rb	85	2438737.761	<b>117.469</b>	0.894	0.8	ug/L
Zn	66	444520.609	<b>199.617</b>	1.693	0.8	ug/L
Ni	60	777669.359	<b>190.193</b>	0.391	0.2	ug/L
Mg	24	979965.911	<b>198.336</b>	2.924	1.5	ug/L
V	51	1653956.375	<b>115.583</b>	1.571	1.4	ug/L
U	238	6215472.561	<b>334.140</b>	1.106	0.3	ug/L
Bi	209	4046905.687	<b>223.272</b>	0.834	0.4	ug/L
Be	9	81978.705	<b>202.956</b>	0.485	0.2	ug/L
As	75	474053.541	<b>205.708</b>	1.481	0.7	ug/L
Cr	52	1380446.244	<b>107.637</b>	0.811	0.8	ug/L
Ag	107	1880006.812	<b>204.394</b>	1.007	0.5	ug/L
Fe	57	88973.909	<b>198.019</b>	3.178	1.6	ug/L
Ca	43	8849.251	<b>193.479</b>	2.669	1.4	ug/L

## Quantitative Analysis - Summary Report

### Sample ID: 500ppb

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:23:22

Sample Description:

Solution Type: Standard

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\500ppb.21113

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

## Summary

### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
Al	27	2012552.3	50131.351	2.491	3478.4	23.422	0.673
Ba	138	9234428.4	49569.496	0.537	126.6	6.115	4.831
Cd	111	1232275.6	3783.733	0.307	20.4	6.012	29.408
Co	59	4750271.0	23059.165	0.485	60.4	2.776	4.592
Cu	63	2172510.2	5079.682	0.234	588.5	14.258	2.423
Mn	55	5560420.9	55310.963	0.995	660.9	60.113	9.095
Pb	208	6561724.5	46519.808	0.709	80.4	2.037	2.532
Se	82	124925.0	818.204	0.655	4.2	10.867	256.010
Tl	205	9131062.1	72157.257	0.790	388.9	46.273	11.899
Rb	85	6125864.4	33373.891	0.545	1030.3	31.396	3.047
Zn	66	1110422.6	6719.368	0.605	848.5	58.526	6.898
Ni	60	1950209.1	17950.077	0.920	79.6	7.813	9.820
Mg	24	1376408.6	21929.585	1.593	928.0	36.078	3.887
V	51	4131950.5	48276.288	1.168	2724.4	33.556	1.232
U	238	16025175.1	38981.210	0.243	11.6	5.048	43.684
Bi	209	10171154.0	67344.035	0.662	90.2	6.842	7.584
Be	9	205934.5	2062.478	1.002	7.6	4.073	53.913
As	75	1203016.7	6783.021	0.564	135.6	9.365	6.909
Cr	52	3436375.6	71515.775	2.081	9896.1	150.329	1.519
Ag	107	2326530.5	10022.097	0.431	1332.5	36.988	2.776
Fe	57	237649.4	1455.017	0.612	14255.2	295.602	2.074
Ca	43	22446.8	203.662	0.907	515.1	19.430	3.772

### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
Al	27	2009073.896	<b>254.875</b>	6.360	2.5	ug/L
Ba	138	9234301.858	<b>353.128</b>	1.896	0.5	ug/L
Cd	111	1232255.194	<b>526.190</b>	1.616	0.3	ug/L
Co	59	4750210.588	<b>270.070</b>	1.311	0.5	ug/L
Cu	63	2171921.695	<b>249.669</b>	0.584	0.2	ug/L
Mn	55	5559759.940	<b>282.668</b>	2.812	1.0	ug/L
Pb	208	6561644.024	<b>551.688</b>	3.911	0.7	ug/L
Se	82	124920.717	<b>520.743</b>	3.411	0.7	ug/L
Tl	205	9130673.245	<b>539.738</b>	4.265	0.8	ug/L
Rb	85	6124834.102	<b>295.019</b>	1.608	0.5	ug/L
Zn	66	1109574.154	<b>498.266</b>	3.017	0.6	ug/L
Ni	60	1950129.584	<b>476.939</b>	4.390	0.9	ug/L
Mg	24	1375480.515	<b>278.385</b>	4.438	1.6	ug/L
V	51	4129226.082	<b>288.561</b>	3.374	1.2	ug/L
U	238	16025163.534	<b>861.502</b>	2.096	0.2	ug/L
Bi	209	10171063.772	<b>561.148</b>	3.715	0.7	ug/L
Be	9	205926.969	<b>509.818</b>	5.106	1.0	ug/L
As	75	1202881.110	<b>521.970</b>	2.943	0.6	ug/L
Cr	52	3426479.516	<b>267.173</b>	5.576	2.1	ug/L
Ag	107	2325197.971	<b>252.796</b>	1.090	0.4	ug/L
Fe	57	223394.185	<b>499.506</b>	3.253	0.7	ug/L
Ca	43	21931.665	<b>496.297</b>	4.609	0.9	ug/L

## Calibration Report

Analyte	Mass	Curve Type	Slope	Intercept	Corr Coeff
Al	26.982	Linear Thru Zero	7882.596296	0.000	0.999933
Ba	137.905	Linear Thru Zero	26150.008782	0.000	0.999990
Cd	110.904	Linear Thru Zero	2341.846275	0.000	0.999987
Co	58.933	Linear Thru Zero	17588.784990	0.000	0.999977
Cu	62.930	Linear Thru Zero	8699.200083	0.000	0.999995
Mn	54.938	Linear Thru Zero	19668.843944	0.000	0.999962
Pb	207.977	Linear Thru Zero	11893.751859	0.000	0.999995
Se	81.917	Linear Thru Zero	239.889213	0.000	0.999917
Tl	204.975	Linear Thru Zero	16916.853533	0.000	0.999946
Rb	84.912	Linear Thru Zero	20760.779329	0.000	0.999979
Zn	65.926	Linear Thru Zero	2226.873057	0.000	0.999967
Ni	59.933	Linear Thru Zero	4068.265979	0.000	0.999905
Mg	23.985	Linear Thru Zero	4918.075701	0.000	0.999854
V	50.944	Linear Thru Zero	14309.724749	0.000	0.999963
U	238.050	Linear Thru Zero	18601.417698	0.000	0.999948
Bi	208.980	Linear Thru Zero	18125.472178	0.000	0.999959
Be	9.012	Linear Thru Zero	403.922871	0.000	0.999990
As	74.922	Linear Thru Zero	2304.500391	0.000	0.999978
Cr	51.941	Linear Thru Zero	12824.966381	0.000	0.999993
Ag	106.905	Linear Thru Zero	9435.104555	0.000	0.999974
Fe	56.935	Linear Thru Zero	447.230571	0.000	0.999965
Ca	42.959	Linear Thru Zero	43.916147	0.000	0.999995

## Quantitative Analysis - Summary Report

### Sample ID: Amostra#LB (Vanessa - Odonto)

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:35:21

Sample Description:

Solution Type: Sample

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\Amostra#LB (Vanessa - Odonto).21115

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

## Summary

### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
Al	27	359566.8	1412.999	0.393	3478.4	23.422	0.673
Ba	138	15308.4	126.895	0.829	126.6	6.115	4.831
Cd	111	15308.9	337.951	2.208	20.4	6.012	29.408
Co	59	3823.9	123.940	3.241	60.4	2.776	4.592
Cu	63	4776.4	236.326	4.948	588.5	14.258	2.423
Mn	55	6311.1	214.570	3.400	660.9	60.113	9.095
Pb	208	4004.0	67.153	1.677	80.4	2.037	2.532
Se	82	152.9	13.344	8.730	4.2	10.867	256.010
Tl	205	2506.1	120.420	4.805	388.9	46.273	11.899
Rb	85	5479.4	85.012	1.551	1030.3	31.396	3.047
Zn	66	11229.2	103.479	0.922	848.5	58.526	6.898
Ni	60	9219.8	206.433	2.239	79.6	7.813	9.820
Mg	24	38783.4	160.574	0.414	928.0	36.078	3.887
V	51	32069.8	385.878	1.203	2724.4	33.556	1.232
U	238	2455.0	90.367	3.681	11.6	5.048	43.684
Bi	209	3598.5	70.029	1.946	90.2	6.842	7.584
Be	9	99.6	19.153	19.238	7.6	4.073	53.913
As	75	1377.9	54.924	3.986	135.6	9.365	6.909
Cr	52	1309994.4	5965.505	0.455	9896.1	150.329	1.519
Ag	107	239661.6	3960.509	1.653	1332.5	36.988	2.776
Fe	57	23096.0	324.557	1.405	14255.2	295.602	2.074
Ca	43	2870.7	70.957	2.472	515.1	19.430	3.772

### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
Al	27	356088.361	<b>4517.399</b>	17.926	0.4	ug/L
Ba	138	15181.798	<b>58.057</b>	0.485	0.8	ug/L
Cd	111	15288.439	<b>652.837</b>	14.431	2.2	ug/L
Co	59	3763.471	<b>21.397</b>	0.705	3.3	ug/L
Cu	63	4187.904	<b>48.141</b>	2.717	5.6	ug/L
Mn	55	5650.167	<b>28.726</b>	1.091	3.8	ug/L
Pb	208	3923.548	<b>32.988</b>	0.565	1.7	ug/L
Se	82	148.610	<b>61.950</b>	5.563	9.0	ug/L
Tl	205	2117.226	<b>12.515</b>	0.712	5.7	ug/L
Rb	85	4449.148	<b>21.431</b>	0.409	1.9	ug/L
Zn	66	10380.669	<b>466.155</b>	4.647	1.0	ug/L
Ni	60	9140.230	<b>224.671</b>	5.074	2.3	ug/L
Mg	24	37855.395	<b>769.720</b>	3.265	0.4	ug/L
V	51	29345.397	<b>205.073</b>	2.697	1.3	ug/L
U	238	2443.443	<b>13.136</b>	0.486	3.7	ug/L
Bi	209	3508.267	<b>19.355</b>	0.386	2.0	ug/L
Be	9	92.001	<b>22.777</b>	4.742	20.8	ug/L
As	75	1242.326	<b>53.909</b>	2.383	4.4	ug/L
Cr	52	1300098.350	<b>10137.246</b>	46.515	0.5	ug/L
Ag	107	238329.096	<b>2525.983</b>	41.976	1.7	ug/L
Fe	57	8840.801	<b>1976.788</b>	72.570	3.7	ug/L
Ca	43	2355.550	<b>5363.744</b>	161.574	3.0	ug/L

## Anexo 2- Calibração do aparelho e resultados do teste ICP-MS para detecção de Tungstênio e zircônio.

### Quantitative Analysis - Summary Report

#### Sample ID: Branco Curva

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:06:37

Sample Description:

Solution Type: Blank

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\Branco Curva.21101

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

### Summary

#### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int.	Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
W	184		8.4	2.037	24.134			
Zr	90		31.6	6.577	20.843			

#### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens.	Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
W	184						ug/L
Zr	90						ug/L

### Quantitative Analysis - Summary Report

#### Sample ID: 2ppb Zr, W

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:08:35

Sample Description:

Solution Type: Standard

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\2ppb Zr, W.21102

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

### Summary

#### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
W	184	15719.4	288.516	1.835	8.4	2.037	24.134
Zr	90	25900.8	8.133	0.031	31.6	6.577	20.843

#### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
W	184	15710.914	2.000	0.037	1.8	ug/L
Zr	90	25869.289	2.000	0.001	0.0	ug/L

### Quantitative Analysis - Summary Report

#### Sample ID: 10ppb

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:09:54

Sample Description:

Solution Type: Standard

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\10ppb.21104

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

### Summary

#### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
W	184	76062.2	945.546	1.243	8.4	2.037	24.134
Zr	90	131979.6	1271.287	0.963	31.6	6.577	20.843

#### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
W	184	76053.796	9.987	0.124	1.2	ug/L
Zr	90	131948.067	10.019	0.097	1.0	ug/L

## Quantitative Analysis - Summary Report

### Sample ID: 20ppb

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:10:31

Sample Description:

Solution Type: Standard

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\20ppb.21105

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

## Summary

### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
W	184	153380.9	1102.544	0.719	8.4	2.037	24.134
Zr	90	268889.8	669.416	0.249	31.6	6.577	20.843

### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
W	184	153372.463	<b>20.034</b>	0.144	0.7	ug/L
Zr	90	268858.213	<b>20.100</b>	0.050	0.2	ua/L

## Calibration Report

Analyte	Mass	Curve Type	Slope	Intercept	Corr Coeff
W	183.951	Linear Thru Zero	7655.657571	0.000	0.999992
Zr	89.904	Linear Thru Zero	13376.289423	0.000	0.999960



### Quantitative Analysis - Summary Report

#### Sample ID: Amostra#LB (Vanessa - Odonto)

Sample Date/Time: Monday, March 16, 2015 08:35:21

Sample Description:

Solution Type: Sample

Blank File:

Number of Replicates: 3

Peak Processing Mode: Average

Signal Profile Processing Mode: Average

Dual Detector Mode: Dual

Dead Time (ns): 55

Sample File:

Method File: C:\Elandata\Method\Vanessa\Lychnoflora.mth

Dataset File: C:\Elandata\Dataset\Default\Amostra#LB (Vanessa - Odonto).21115

Tuning File: C:\Elandata\Tuning\Default.tun

Optimization File: C:\Elandata\Optimize\Default.dac

Calibration File:

Calibration Type: External Calibration

### Summary

#### Intensities

Analyte	Mass	Meas. Int. Mean	Meas. Int. SD	Meas. Int. RSD	Blank Intensity	Blank Int. SD	Blank Int. RSD
W	184	1390533.7	11543.610	0.830	8.4	2.037	24.134
Zr	90	34170725.9	465629.114	1.363	31.6	6.577	20.843

#### Concentration Results

Analyte	Mass	Net Intens. Mean	Conc. Mean	Conc. SD	Conc. RSD	Sample Unit
W	184	1390525.294	<b>18163.368</b>	150.785	0.8	ug/L
Zr	90	34170694.318	<b>255457.199</b>	3481.004	1.4	ua/l