

**CENTRO UNIVERSITÁRIO DE ANÁPOLIS**  
**PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO, PESQUISA, EXTENSÃO E**  
**AÇÃO COMUNITÁRIA**  
**PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

**MANUAL DOS TESTES DE BIOCMPATIBILIDADE DOS**  
**MATERIAIS ODONTOLÓGICOS**

Anápolis

2019

**CENTRO UNIVERSITÁRIO DE ANÁPOLIS**  
**PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO, PESQUISA, EXTENSÃO E**  
**AÇÃO COMUNITÁRIA**  
**PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

**MANUAL DE TESTES FÍSICO-QUÍMICOS DE MATERIAIS**  
**ODONTOLÓGICOS**

Produção técnica do programa de pós-graduação da odontologia para obtenção da aprovação na disciplina de Métodos e Técnicas de Investigação Científica.

Henrique Carneiro Ferreira  
Ismael Fernandes da Silva Júnior  
Luciano Cardoso Antunes

Anápolis

2019

## ÍNDICE

Introdução.....	4
Desenvolvimento .....	5
Testes propostos pela especificação 57 da ANSI/ADA.....	5
Relação pó-líquido/pó-resina/pasta-pasta.....	5
Tempo de Endurecimento.....	6
Escoamento.....	8
Espessura do Filme.....	9
Alteração Dimensional.....	10
Solubilidade.....	13
Radiopacidade.....	14
Análise da Resistência de União.....	16
Teste de PUSH-OUT para materiais restauradores.....	17
Testes complementares ao teste de resistência de união.....	21
Teste de resistência de união por meio de PUSH-OUT acoplado ao MICRO-CT .....	27
Análise de elementos finitos 3D.....	30
Teste de PUSH-OUT para materiais retrobturadores.....	31
Avaliação do pH.....	35
Métodos de avaliação das propriedades físico-químicas das soluções auxiliares na instrumentação dos canais radiculares.....	36
Concentração de cloro ativo nas soluções halógenas.....	37
Tensão superficial.....	38
Densidade.....	40
Viscosidade.....	41
Condutividade.....	42
Capacidade de umectação.....	43
Referências .....	44

## **INTRODUÇÃO:**

A odontologia de uma forma geral, tem como objetivo manter ou melhorar a qualidade de vida do paciente, através da prevenção de doenças, aperfeiçoamento da eficiência mastigatória e melhoria na fonética e estética .

Embora exista uma grande variedade de biomateriais restauradores odontológicos no mercado, poucos materiais reúnem todos os requisitos necessários para a utilização de um biomaterial, sendo o mais relevante deles a biocompatibilidade (PASCHOAL, 2011).

A diversidade e a modernidade dos produtos disponíveis e continuamente lançados tornam fundamental o conhecimento de suas propriedades físicas e químicas.

O objetivo deste Manual é classificar os testes físico-químicos, utilizados na avaliação dos materiais odontológicos, visando orientar os discentes envolvidos na pesquisa de materiais.

## **DESENVOLVIMENTO:**

## **MANUAL TESTES FÍSICO-QUÍMICOS**

- **Testes propostos pela especificação 57 da ANSI/ADA**

### **Relação pó-líquido/pó-resina/pasta-pasta:**

Esse teste constitui o primeiro passo dos procedimentos de pesquisa.

Etapas para realização dessa tarefa:

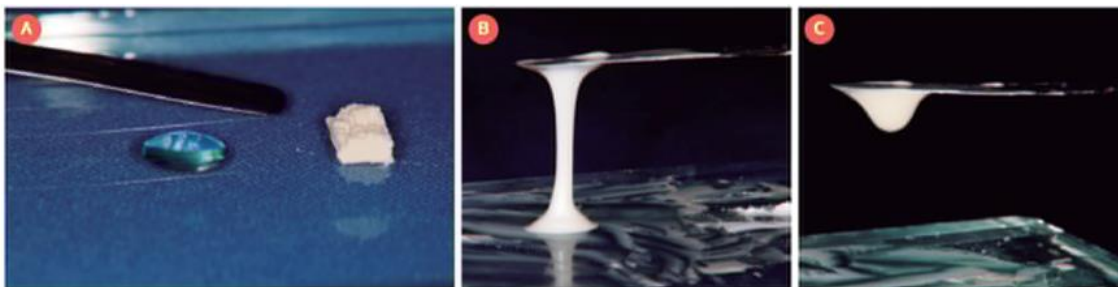
#### **Pó-Líquido:**

Pesam-se 3g do pó do cimento a ser testado e coloca-se o material sobre uma placa de vidro. Com auxílio de uma pipeta graduada, pega-se 0,20 mL do líquido apropriado, depositando-o no centro da placa

Procede-se a espatulação do cimento com auxílio de uma espátula flexível número 24F. O tempo de espatulação do cimento corresponde ao tempo decorrido do início da mistura até o momento em que o cimento adquire a consistência desejada e deve ser anotado. A consistência desejada de um cimento obturador de canal radicular é a preconizada por Grossman.

Alcançada a consistência desejada, pesa-se o pó remanescente na placa de vidro e, por subtração, determina-se a quantidade de pó efetivamente utilizada durante a espatulação.

Esse procedimento deve ser repetido no mínimo cinco vezes. Anotam-se os resultados e obtenha a média aritmética de cada um dos fatores, ou seja, do pó utilizado e do tempo de espatulação.



A- Proposição pó-líquido recomendada pelo fabricante

B e C – Consistência que o material deve apresentar após a manipulação

### Pasta-Pasta:

Sobre uma placa de vidro colocar uma quantidade correspondente a 5 cm de cada pasta, que será suficiente para preencher cada corpo de prova.

Procede-se a espatulação do cimento com auxílio de uma espátula flexível número 24F. O tempo de espatulação do cimento corresponde ao tempo decorrido do início da mistura até o momento em que o cimento adquire a consistência desejada e deve ser anotado. A consistência desejada de um cimento obturador de canal radicular é a preconizada por Grossman.

Esse procedimento deve ser repetido no mínimo cinco vezes. Anotam-se os resultados e obtenha a média aritmética de cada um dos fatores.



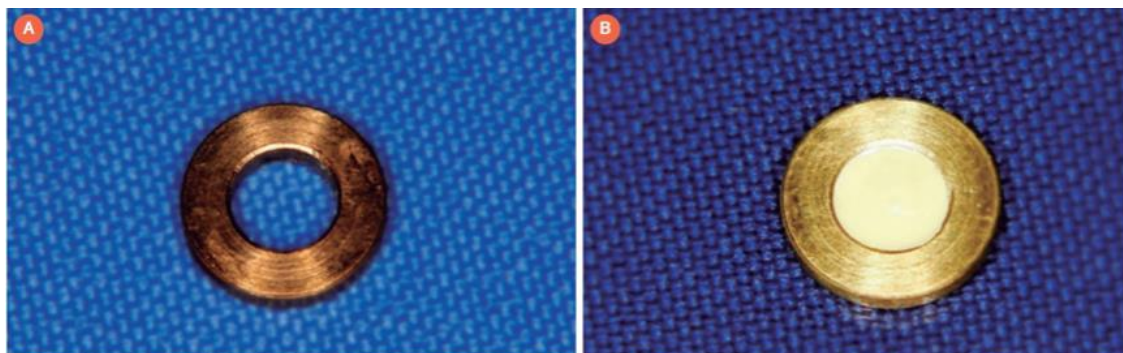
A- Proporção pasta-pasta recomendada pelofabricante  
B- B e C – Consistência que o material deve apresentar após a manipulação

### Tempo de Endurecimento:

Teste inicial e que serve como parâmetro aos demais, variando de acordo com os componentes, tamanho das partículas, temperatura ambiente e umidade relativa.

Etapas para realização desse teste:

Confeccionar moldes de aço inoxidável, cilíndricos, com diâmetro interno de 5 mm e espessura uniforme de 2 mm.



A- Molde metálico de aço inoxidável com 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura utilizado no teste de tempo de endurecimento.  
B- Molde metálico de aço inoxidável fixado em lâmina de vidro, preenchido com cimento.

Fixar os moldes em suas faces externas, com auxílio de cera utilidade, sobre uma placa de vidro de 1 mm de espessura por 25 mm de largura e 75 mm de comprimento.

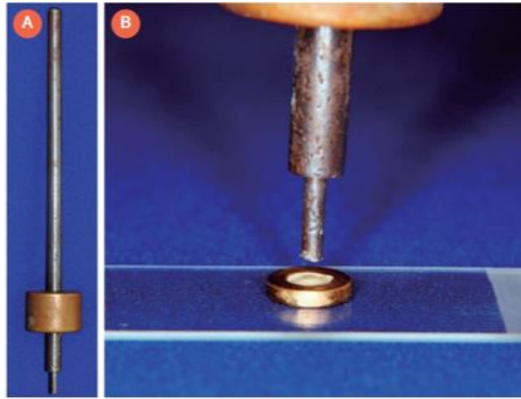
Manipulação do cimento a ser testado (de acordo com a proporção pó-líquido/pó-resina/pasta-pasta previamente estabelecida)

Colocar no interior do cilindro metálico até que fique totalmente preenchido

Após 10 segundos do início da mistura, colocar o conjunto placa de vidro-molde preenchido pelo cimento sobre uma grade metálica de dimensões 10 x 20 x 10 mm, que estará condicionada dentro de um recipiente plástico com vedação hermética. Manter a temperatura constante de 37 °C, dentro da estufa, e umidade relativa do ar de 95%

Manter o conjunto formado pelo corpo de prova/lâmina de vidro/cilindro metálico dentro da câmara climatizada até o final do teste

Após 10 segundos do início da mistura, uma agulha tipo Gilmore de 100 g e ponta ativa de 2,0 mm de diâmetro deverá ser colocada verticalmente sobre a superfície horizontal do material.



A- Agulha do tipo Gilmore.

B- Aplicação da agulha do tipo Gilmore sobre o cimento no molde metálico de aço inoxidável, durante a execução do teste de tempo de endurecimento

Repetir a colocação da agulha de Gilmore sobre o material em intervalos de 60 segundos, até que ela não provoque mais marcas no cimento que está sendo testado

O tempo de endurecimento de um cimento é o tempo decorrido entre o início da mistura e o momento no qual as marcas da agulha de Gilmore deixarem de ser visíveis na superfície do material testado.

**Escoamento:**

Constitui um teste para avaliar a capacidade de penetrar em pequenas irregularidades na dentina e em canais laterais, no caso dos cimentos obturadores de canal radicular.

Etapas para realização desse teste:

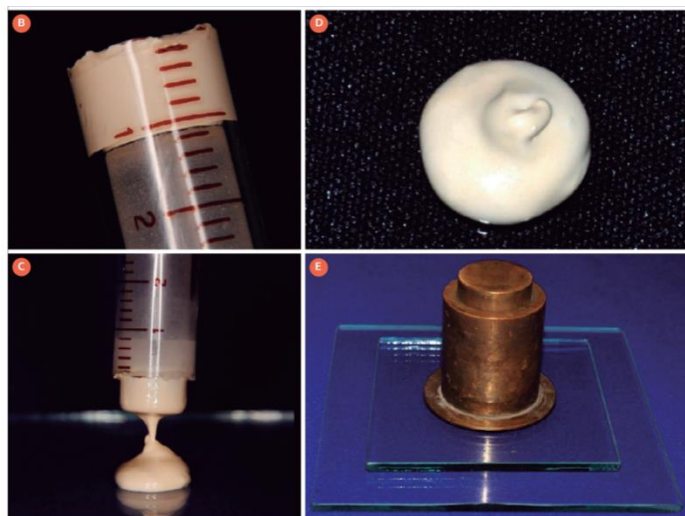
Utilizar uma seringa Luer de vidro (de 5,0 mL) adaptada para receber 0,5 ml de cimento manipulado.



Seringa Luer de vidro de 5 mL adaptada para o teste.

Após ser manipulado na consistência clínica ideal, obtém-se o volume de 0,5 mL, este será depositado no centro de uma placa de vidro lisa e limpa de dimensões de 10x10cm.

Decorridos 5 segundos do início da manipulação, coloca-se cuidadosamente, e centralmente, por sobre o cimento obturador um conjunto composto por uma placa de vidro e carga adicional, de modo que este conjunto perfaça um total de 120 g.



B- Preenchimento da seringa Luer com cimento.

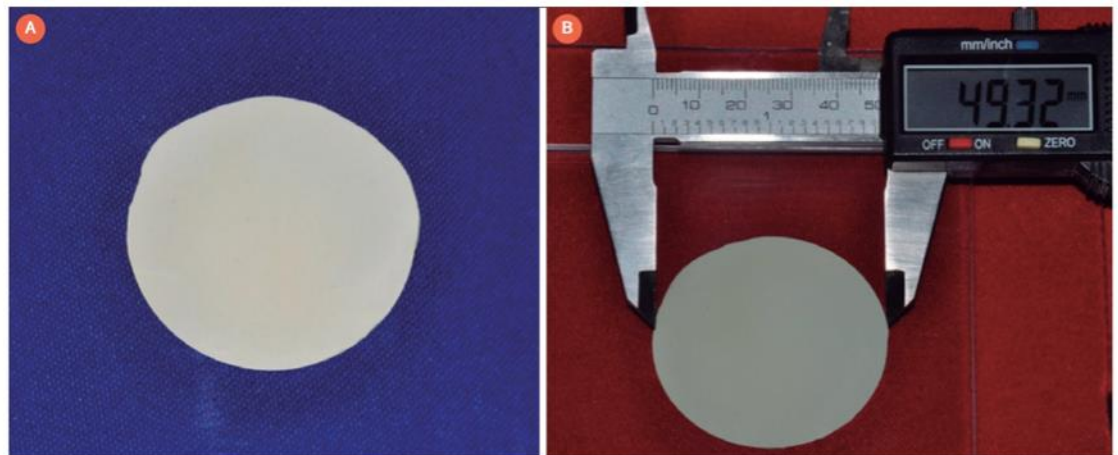
C e D- Colocação do cimento sobre a placa de vidro.



E- Colocação do conjunto placa de vidro e peso de 120 g sobre o cimento, durante 10 minutos

Remover o peso adicional após 10 minutos do início da mistura.

Medidos os diâmetros maiores e menores do disco obtido com o escoamento do material.



A- Disco obtido após a realização do teste de escoamento.

B- Aferição dos diâmetros maior e menor com paquímetro digital.

Devem ser realizadas cinco repetições para o cimento estudado, obtendo-se a média aritmética.

### **Espessura do Filme:**

Avalia-se com esse teste, qual a espessura mínima e máxima que se consegue com o material estudado.

Etapas para realização desse teste:

Colocar duas placas de vidro, medindo 200 mm<sup>2</sup> de superfície e 6,0 mm de espessura cada uma, superpostas e intercaladas por duas lâminas de papel celofane.

Medir a espessura do conjunto citado acima com auxílio do aparelho de carga, dotado de um relógio micrométrico.

Manipular o cimento e, com ajuda da seringa Luer de vidro, será depositado 0,5 mL do cimento sobre a primeira placa de vidro, entre as duas lâminas de papel celofane.

Colocar a segunda placa de vidro sobre o material depositado.

Após 10 segundos do início da mistura, acionar o aparelho verticalmente com uma carga de 15 Kgf sobre a placa superior.

Decorridos 10 minutos do início da mistura, medir a espessura das duas placas de vidro, juntamente com o material interposto entre elas.

Avaliar a diferença de espessura das duas placas de vidro, com e sem filme de cimento obturador interposto entre elas.

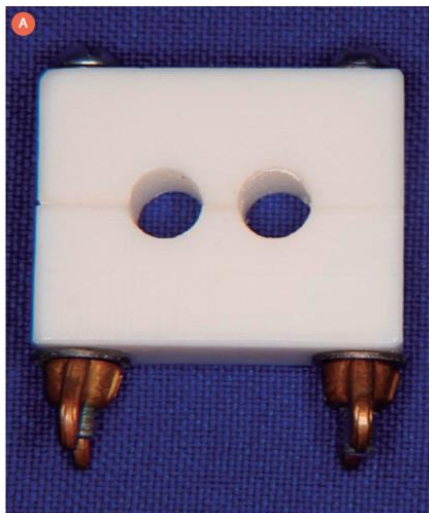
Faz-se a média de cinco repetições e aproxima-se para os cinco micrômetros mais próximos.

### **Alteração Dimensional:**

A importância desse teste está relacionada aos efeitos de contração e expansão do material estudado.

Etapas para realização desse teste:

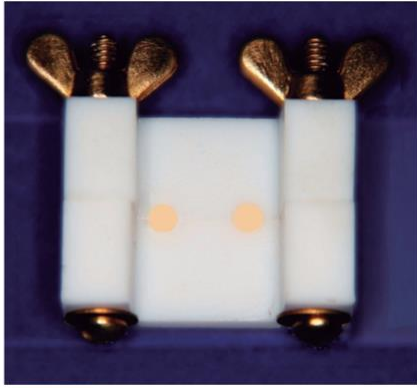
Confeccionar três moldes de Teflon que permitam a obtenção de corpos de prova cilíndricos, com dimensões de 3,58 mm de altura por 3 mm de diâmetro.



Molde de teflon usado nos testes de alteração dimensional.

Colocar o molde sobre uma placa de vidro medindo 1 mm de espessura por 25 mm de largura e 75 mm de comprimento, envolta em uma fina lâmina de papel celofane.

Preencher o molde, de tal modo que se possa verificar o ligeiro excesso de material na sua extremidade superior.



Molde de teflon preenchido com cimento para a obtenção de corpos de prova cilíndricos

Após a etapa 3, uma lâmina de microscópio envolvida por outra lâmina de papel celofane será pressionada sobre a superfície superior do molde.

Decorridos 5 minutos do início da mistura, o conjunto será transferido para uma câmara com 95% de umidade relativa do ar e temperatura de 37 °C.

Após intervalo de tempo de no mínimo três vezes o tempo de endurecimento do material, o conjunto será removido do interior da câmara.

O passo seguinte consiste em lixar as extremidades do molde contendo a amostra, sob irrigação de água destilada e deionizada, com a ajuda de uma lixa de granulação 600, para a regularização de sua superfície.

A amostra será removida do molde, e o comprimento será medido com paquímetro.

Posteriormente, a amostra será colocada em recipiente de vidro contendo 2,24 mL de água destilada deionizada, a temperatura de 37°C, por 30 dias.



Corpo de prova imerso em 2,24 mL de água destilada, mantido por 30 dias para avaliação da alteração dimensional.

Após esse tempo, a amostra será removida do recipiente e o excesso de água será retirado com auxílio de papel absorvente.

Uma nova medição do seu comprimento deverá ser realizada.

Para obtenção dos valores da alteração dimensional, deve-se aplicar a seguinte fórmula, de acordo com a Especificação 57 da ADA:

$$\frac{C_{30\text{dias}} - C}{C} \times 100$$

$C_{30\text{dias}}$  é o comprimento da amostra decorridos 30 dias nas condições do experimento e  $C$  é o comprimento inicial da amostra.

A alteração dimensional do cimento testado é a média aritmética das cinco repetições realizadas.

### **Solubilidade:**

Esse teste consiste na avaliação da capacidade que uma substância tem de se dissolver em outra.

Etapas para realização desse teste:

Manipulação do cimento:

Após a manipulação do cimento, deve-se preencher o molde cilíndrico de teflon, medindo 1,5 mm de espessura por 7,75 mm de diâmetro interno, que se sustenta por uma placa de vidro de dimensões maiores que as do molde, recoberta por uma lâmina de papel celofane.

Preenchido o molde, um fio de nylon impermeável será colocado no interior do material, e será posicionada uma outra placa de vidro, também recoberta por uma lâmina de celofane sobre o molde. (O conjunto deverá ser pressionado manualmente, de modo que as placas toquem uniformemente em todo o molde)

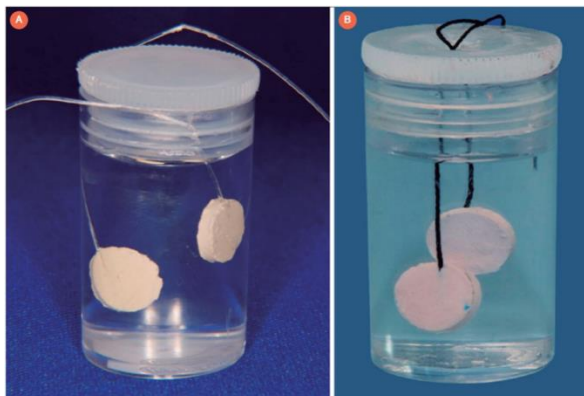
Levar o conjunto a uma câmara a 37 °C e umidade relativa do ar de 95%.

Decorrido um intervalo de tempo igual a três vezes o tempo de endurecimento medido para o material testado, as amostras serão removidas do molde.

Após retirar os resíduos ou partículas soltas, as amostras devem ser pesadas em uma balança de precisão.

Suspender pelo fio de nylon e colocar, duas a duas, no interior de um recipiente de plástico com boca larga, contendo 7,5 mL de água destilada e deionizada, tomando-se o cuidado de não permitir contato entre as amostras e a superfície interna do recipiente.

Após esse prepare, manter as amostras em estufa a 37 °C por sete dias.



Corpo de prova imerso em 7,5 mL de água destilada, que será mantido por 7 dias para avaliação da solubilidade.

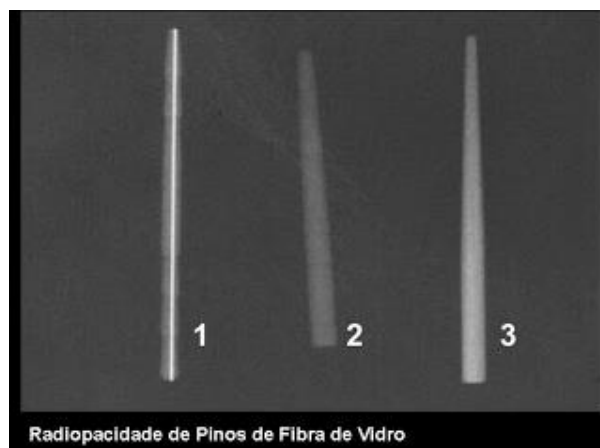
Após esse período, remover as amostras dos recipientes, enxaguadas com um pouco de água destilada e deionizada, e o excesso de água removido com papel absorvente.

Após esse processo, colocar as amostras em desumidificador contendo ácido sulfúrico concentrado por 24 horas e, posteriormente, nova pesagem será realizada.

A solubilidade do cimento estudado corresponde à perda de massa de cada amostra, expressa como porcentagem da massa original.

### **Radiopacidade:**

Esse teste consiste em avaliar a capacidade, e intensidade, de um material apresentar-se de forma radiopaca em um filme radiográfico após exposição ao raio X.



Exemplo de avaliação de radiopacidade

Fonte: <http://canalmancilha.blogspot.com/2011/05/radiopacidade-dos-pinos-de-fibra-de.html>

Etapas para realização desse teste:

Confeccionar cinco placas de acrílico (2,2 cm x 4,5 cm x 1 mm), contendo quatro perfurações de 5 mm de diâmetro interno cada.

Preencher cada perfuração da placa com um dos cimentos testados, sobre os quais será colocada uma placa de vidro envolta em lâmina de papel celofane.

Pressionar todo esse conjunto de forma que o excesso de cimento extravase.

Após três vezes o tempo de endurecimento, será obtida uma amostra de cada cimento.

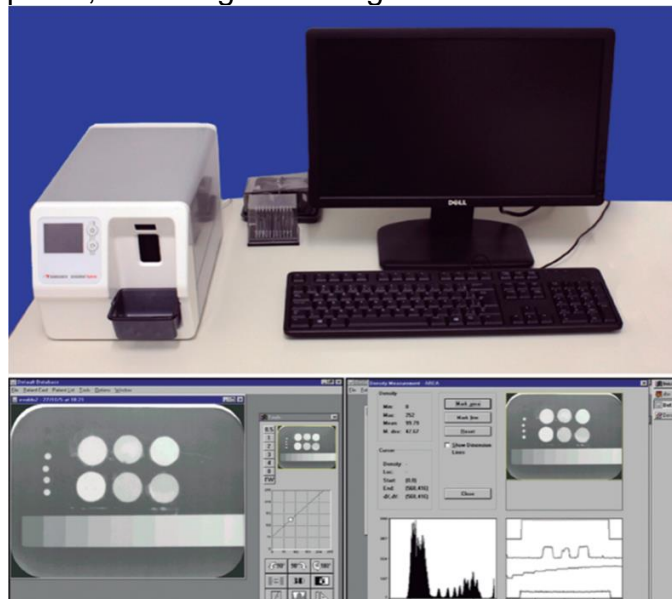
Posicionar cada placa de acrílico, já preenchida com os cimentos, à frente do sensor radiográfico com distância foco-objeto de 30 cm, e, sobre esta, deverá ser colocada outra placa de acrílico (2 mm x 1,3 cm x 4,5 cm).

Essa segunda placa tem o objetivo de estabilizar uma escada de alumínio 99% (liga 1100) ou penetrômetro, com espessura variada de 1 a 10 mm, com degraus uniformes de 1 mm, permitindo, em uma mesma tomada radiográfica, a comparação entre os degraus da escada de alumínio.

A etapa seguinte consistirá na obtenção da imagem radiográfica do conjunto amostras de cimento e escada de alumínio.

As placas de imagem, sensibilizadas após a tomada radiográfica, serão introduzidas na leitora óptica a laser do sistema radiográfico digital Digora (Soredex Orion Corporation, Helsinki, Finlândia), que processará a imagem.

Padronizar uma área de 2 mm<sup>2</sup> (ou 44,5 x 44,5 pixels) utilizada para cada corpo de prova, nas imagens radiográficas dos cimentos.



Meio eletrônico utilizado para avaliação da radiopacidade do material estudado

### **Análise da Resistência de União:**

Refere-se aos testes de adesividade, significa a capacidade de um material se aderir a outro.

A ADA não padronizou um método para o estudo da resistência de união dos cimentos obturadores dos canais radiculares. Na literatura consultada, observaram-se dois modelos utilizados, um proposto por Grossman e outro por Ørstavik.

O modelo proposto por Grossman consiste em:

Uso de uma máquina simples constituída de uma haste em forma de T dotada de duas roldanas e um fio.

Uma das extremidades do fio é conectada ao material a ser testado, e a outra, à carga.

Adiciona-se carga até que ocorra a separação do material obturador da superfície dentinária.

A massa necessária para a ruptura é relacionada com a aceleração da gravidade no local do teste, conseguindo-se a força de tração de ruptura.

Depois, calcula-se a tensão de tração, que relaciona, por sua vez, a força de tração de ruptura à área de cimentação

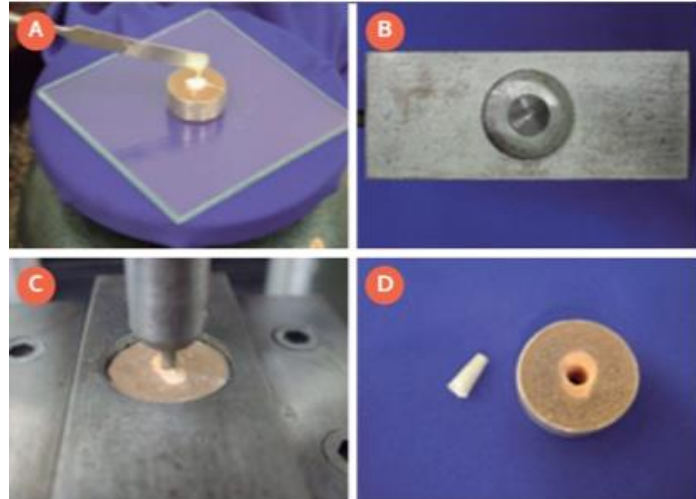
O modelo proposto por Ørstavik:

Uso da Máquina Universal de Ensaio para os testes de resistência de união dos materiais obturadores dos canais radiculares.

Segundo alguns autores relacionados ao pesquisador responsável, o teste de resistência de união aferido pela Máquina Universal de Ensaio promove maior uniformidade e reprodutibilidade, propiciando a obtenção de dados fidedignos. Além disso, os valores da tensão de tração expressos em MPa (Megapascal), unidade internacional, favorecem a comparação dos resultados.

Exemplo de um esquema para análise de resistência de união de um cimento obturador:





- A- Preenchimento do corpo de prova com o cimento obturador a ser testado.  
 B- Dispositivo desenvolvido para a realização do teste de push-out.  
 C- Realização do teste de push-out – aplicação de força no cimento obturador no interior do corpo de prova, através da haste metálica da máquina universal de ensaios.  
 D- Deslocamento do cimento obturador do corpo de prova após a realização do teste.

## TESTE DE PUSH-OUT PARA MATERIAIS RESTAURADORES

### 1- Definição

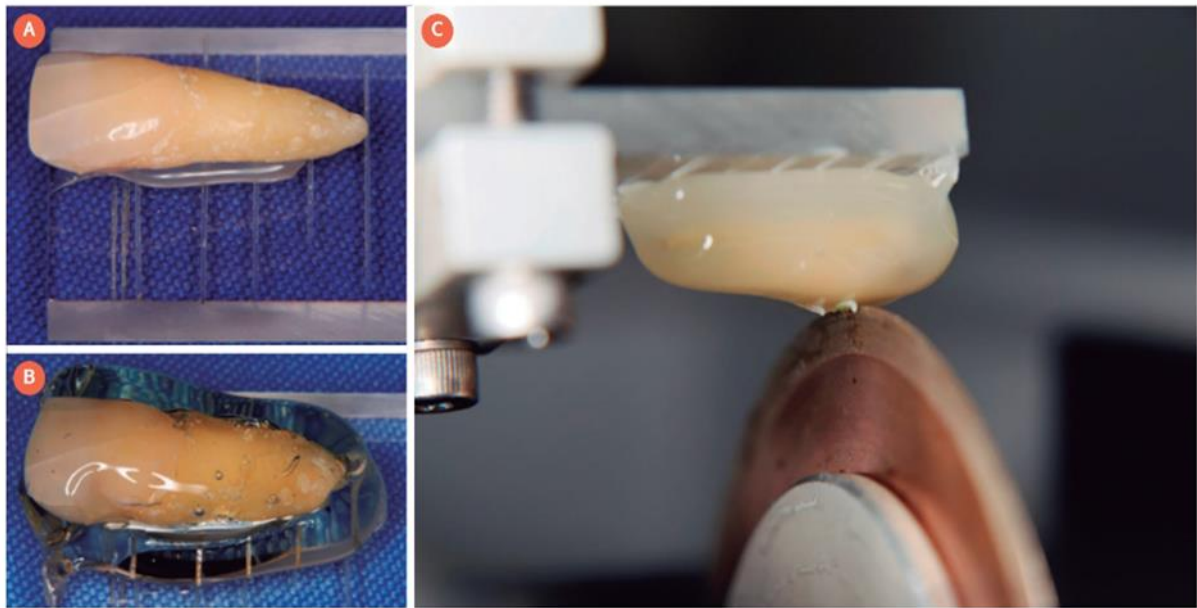
Teste que avalia a resistência de união (RU) entre duas superfícies, sendo considerado o mais aceito nesta relação em odontologia .

### 2- Fixação dos espécimes

Após selecionados, os espécimes deverão ser fixados individualmente em placas de resina acrílica com cola quente, com seu longo eixo paralelo à superfície plana.

Para a realização dos cortes, as placas de resina deverão ser acopladas individualmente à máquina de corte de precisão.

Cortes sequenciais serão realizados nos terços cervical, médio e apical, variando de acordo com a espessura definida, com auxílio de disco diamantado de 0,5mm de espessura, sob refrigeração constante a uma velocidade de 350 rpm.



- A. Posicionamento do espécime em placa de resina acrílica.
- B. Fixação do espécime em cola quente, com longo eixo paralelo à superfície plana da placa de acrílico.
- C. Obtenção dos cortes do dente na máquina de corte de precisão.

### 3- Descrição do Teste de push-out

Poderão ser selecionados de dois a três *slices* de cada terço, totalizando de 6 a 9 por espécime.

Em seguida, os *slices* serão fixados, individualmente, em base metálica de aço inoxidável com orifício de 2,5mm de diâmetro na porção central, acoplada à porção inferior da Máquina Universal de Ensaios, neste manual, Instron, Modelo 2519-106.

Os espécimes deverão ser posicionados na mesma direção do orifício da base metálica com a face apical voltada para cima.

A seguir, na porção superior da máquina de ensaios, serão fixadas hastes metálicas com ponta ativa de diâmetro compatível com diâmetro do material obturador a ser testado em cada terço radicular. Recomenda-se que a relação entre o diâmetro da ponta e o diâmetro do material obturador e/ou restaurador seja em torno de 85% e que o diâmetro presente no orifício da base metálica seja ligeiramente maior do que o do material obturador e/ou restaurador.

As hastes deverão ser posicionadas sobre o material obturador/restaurador.

A máquina de ensaios deverá ser acionada com velocidade de 0,5 mm/min até o deslocamento do material testado.

A força necessária para o deslocamento do material será aferida em quilonewtons (KN).

Para calcular a resistência de união, a força resultante será transformada em Newtons (N) e convertida em megapascal (Mpa), pela divisão da área lateral do material obturador.

Para o cálculo exato da área lateral aderida, o aspecto geométrico do material obturador/restaurador será considerado de acordo com o nível do corte realizado para obtenção dos *slices* de dentina.

Para esse fim, a altura de cada slice será mensurado com o auxílio de paquímetro digital e a área de adesão (em mm<sup>2</sup>) será calculada pela fórmula da área lateral do tronco de cone (SL):

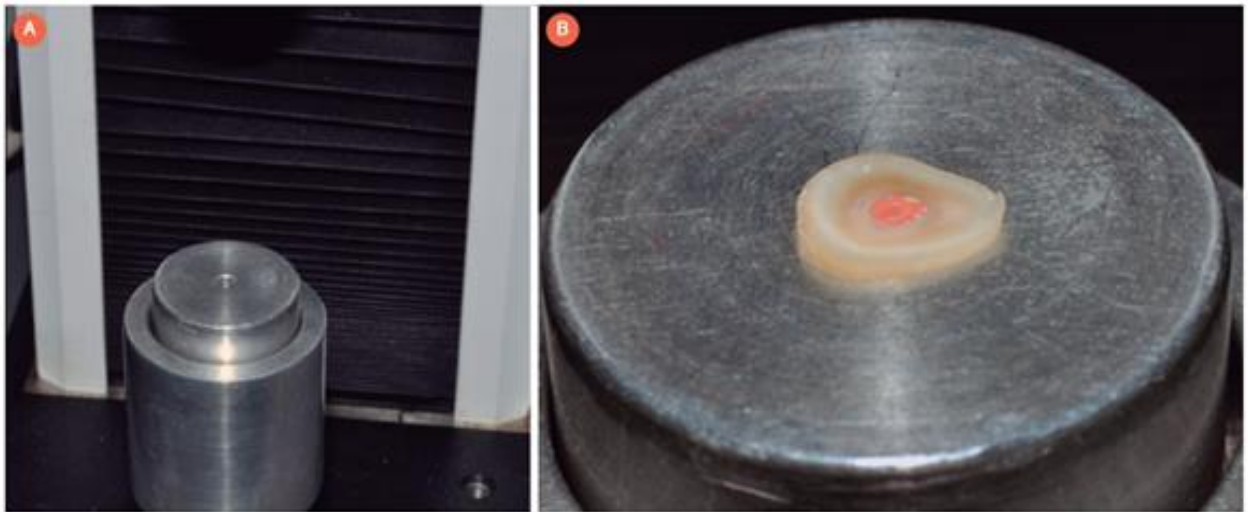
$$SL = \pi (R+r) \sqrt{h^2 + (R+r)^2}$$

R = Medida do raio do material obturador/restaurador em sua porção coronal.

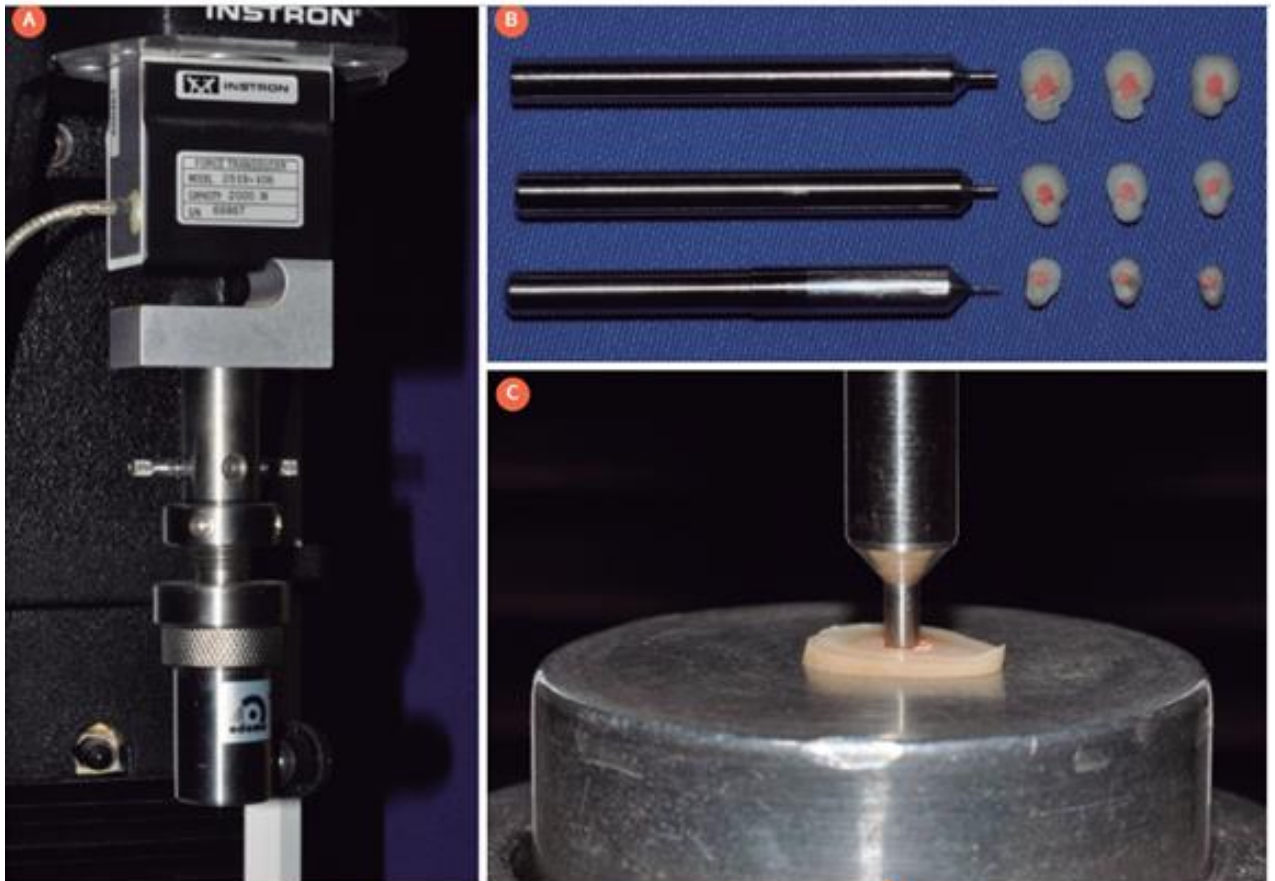
r = Medida do raio do material obturador em sua porção apical.

h = Altura/espessura do slice da dentina.

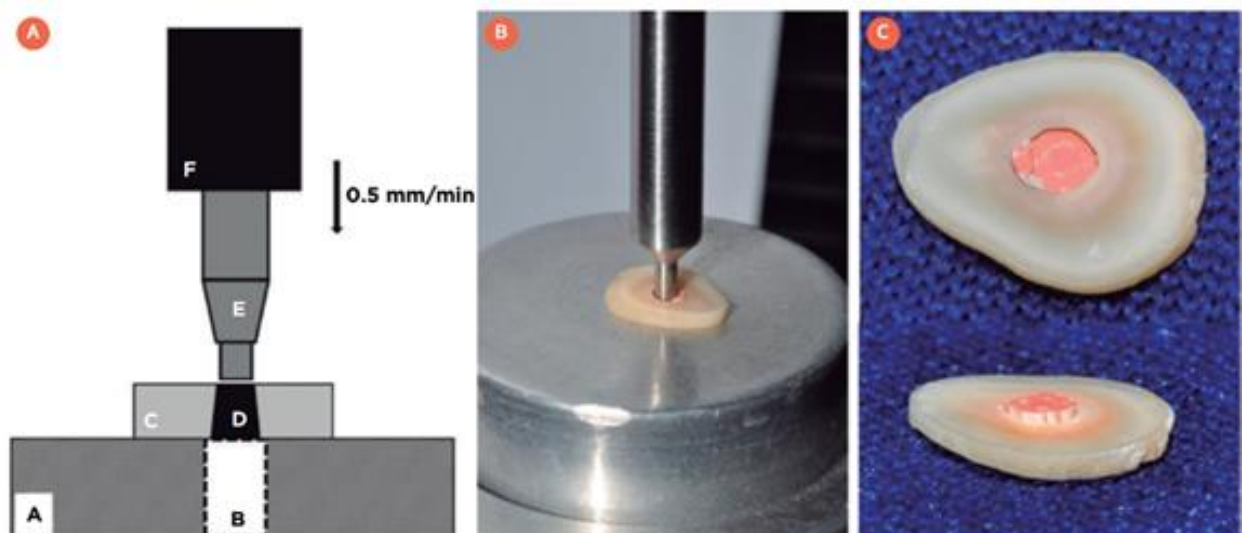
A partir desses dados, será calculada a resistência de união (RU), em Mpa, dividindo-se a força necessária para o deslocamento do material obturador/restaurador pela sua área lateral (RU=F/SL).



- A. Porção inferior da máquina universal de Ensaio Instron Modelo 2519-106 com base metálica de aço inoxidável com orifício de 2,5mm de diâmetro na porção central.
- B. Espécime posicionado na mesma direção do orifício da base metálica com a face apical voltada para cima.



- A. Porção superior da Máquina de Ensaio Instron Modelo 2519-106.
- B. Hastes metálicas com ponta ativa de diâmetro compatível com o diâmetro do material obturador a ser testado em cada terço radicular.
- C. Posicionamento da haste metálica sobre o material obturador.



- A. Desenho esquemático da realização do teste de push-out após o correto posicionamento dos slices e das hastas metálicas.
- B. Haste metálica pressionando o cimento durante o teste de push-out.
- C. Deslocamento do material obturador após o teste.

## TESTES COMPLEMENTARES AO TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO

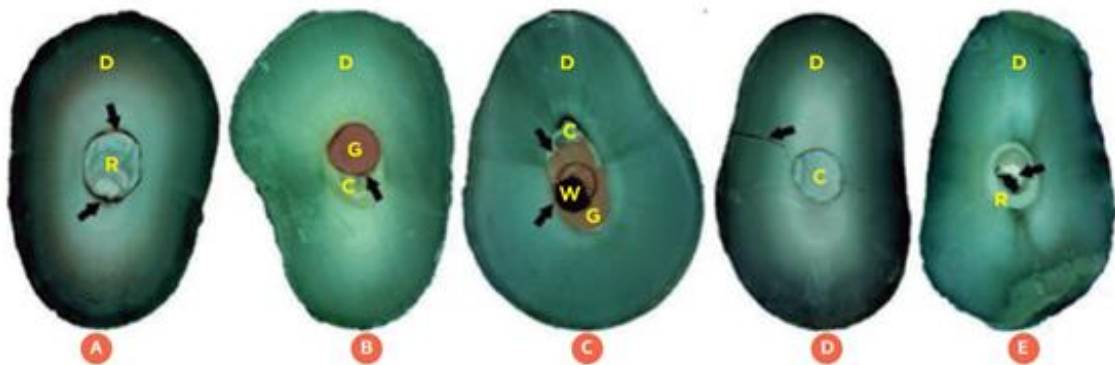
### 1- Análise do padrão de falhas

Após o teste de *push-out*, todos os *slices* deverão ser avaliados em aumentos de 50 vezes em microscópio digital, de 10 a 25 vezes em estereomicroscópio, ou, ainda com magnificação entre 50 e 100 vezes em microscópio confocal a laser.

Os *slices* deverão ser posicionados com a face apical voltada para cima, conforme a realização do teste de *push-out*.

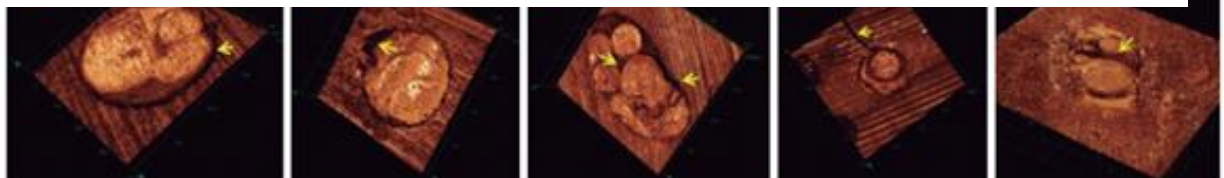
As falhas observadas serão determinadas em percentuais e classificadas em um dos subtipos a seguir:

- Adesiva à dentina: se o material obturador se deslocou da dentina;
- Adesiva ao material obturador: se a guta-percha se deslocou do cimento endodôntico;
- Adesiva mista: quando a guta-percha se deslocou tanto da dentina quanto do cimento endodôntico;
- Coesiva na dentina: quando ocorreu fratura na dentina;
- Coesiva no cimento obturador: quando ocorreu fratura no cimento endodôntico.



Padrão das falhas:

- Adesiva à dentina
- Adesiva ao material obturador
- Adesiva mista
- Coesiva na dentina
- Coesiva no material obturador



Tipos de falhas (setas) avaliados por microscopia confocal de varredura a laser com aumentos entre 50 e 100x:

- Adesiva à dentina
- Adesiva ao material obturador
- Adesiva mista
- Coesiva na dentina
- Coesiva no material obturador

### 2- Análise qualitativa da interface dentina/material obturador

## 2.1- Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Técnica que possibilita investigar a superfície de amostras com magnificações da ordem de centenas de milhares de vezes, além de permitir a identificação e mapeamento dos elementos químicos presentes no material.

Será realizada nos *slices* de dentina obtidas das regiões cervical, média e apical que não foram submetidas ao teste de *push-out*.

Após a seleção dos espécimes de cada grupo experimental, o preparo para MEV será realizado a partir do polimento dos *slices* de dentina com lixas d'água de granulação decrescente até a gramatura 1200.

Em seguida, os espécimes deverão ser enxaguados em água destilada e superficialmente descalcificados em ácido clorídrico (HCL) 6M por 30 segundos e desproteinizados em NaOCL 2% durante 10 minutos.

Após isso, os espécimes serão lavados com água deionizada.

Posteriormente, os *slices* serão fixados com glutaraldeído 3% tamponado ao pH de 7,4 com 0,1M de cacodilato de sódio, por 12 horas a 4°C.

Após a fixação, os *slices* de dentina serão imersos em cacodilato de sódio 0,1M (pH 7,4) por 1 hora com três trocas sucessivas, e enxague com água destilada por 1 minuto, a cada troca.

Após esse procedimento, será realizada a desidratação em bateria alcoólica ascendente (25, 50, 60, 70, 80 e 96%) por 20 minutos cada, e em concentração de 100% por 1 hora.

Em seguida, será realizada a imersão dos *slices* em hexametildisilizano, em capela, por 10 minutos, e, após esse procedimento, deverão ser secos e armazenados até o momento do uso.

Uma vez desidratados, os espécimes serão fixados em estruturas cilíndricas de alumínio (*stubs* – 10 x 10 mm) utilizando fita adesiva de dupla face.

Em seguida, serão submetidos ao processo de metalização com auxílio do aparelho metalizador, que neste manual foi usado o Desk II Denton Vacuum (Moorestown, New Jersey, NJ, EUA), em que receberão uma cobertura ultrafina de material eletricamente condutor – liga ouro-paládio (30 nm de espessura).

Após metalização a vácuo, os espécimes serão analisados em microscópio eletrônico de varredura operando a 20 KV.

Após os ajustes e calibração do software, serão realizadas as eletromicrografias, as quais poderão ser feitas em sequências de 50, 75, 100, 120, 500 e 1.000 vezes.

Para análise da interface, serão realizadas 12 mensurações, em pontos equidistantes, na interface dentina/material obturador com o intuito de identificar espaços vazios (*lacunas* ou *gaps*).

Para avaliação da adaptação do material obturador na parede do canal radicular, serão atribuídos os seguintes escores:

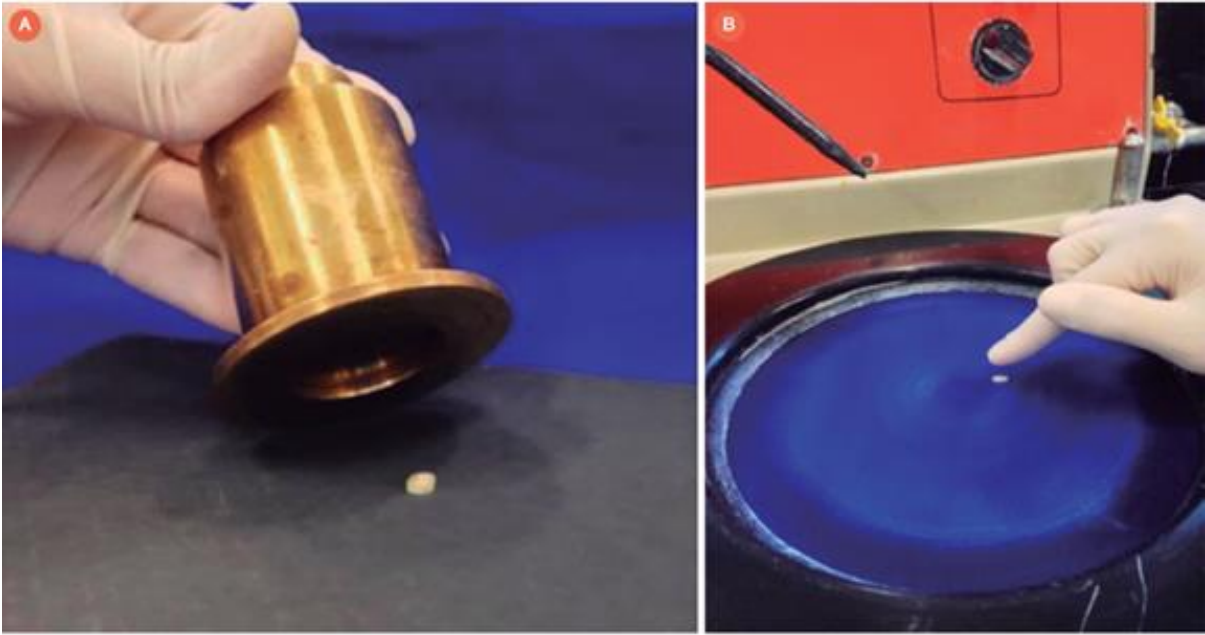
0 (a maioria das seções não apresenta lacunas entre o cimento e a dentina);

1 (a maioria das seções apresenta algumas pequenas falhas <1 entre o cimento e a dentina);

2 (a maioria das seções apresenta muitas lacunas, de 1 a 10 µm, entre o cimento e a dentina)

3 (a maioria das seções não apresenta adaptação entre o cimento e a dentina, com lacunas >10 µm).

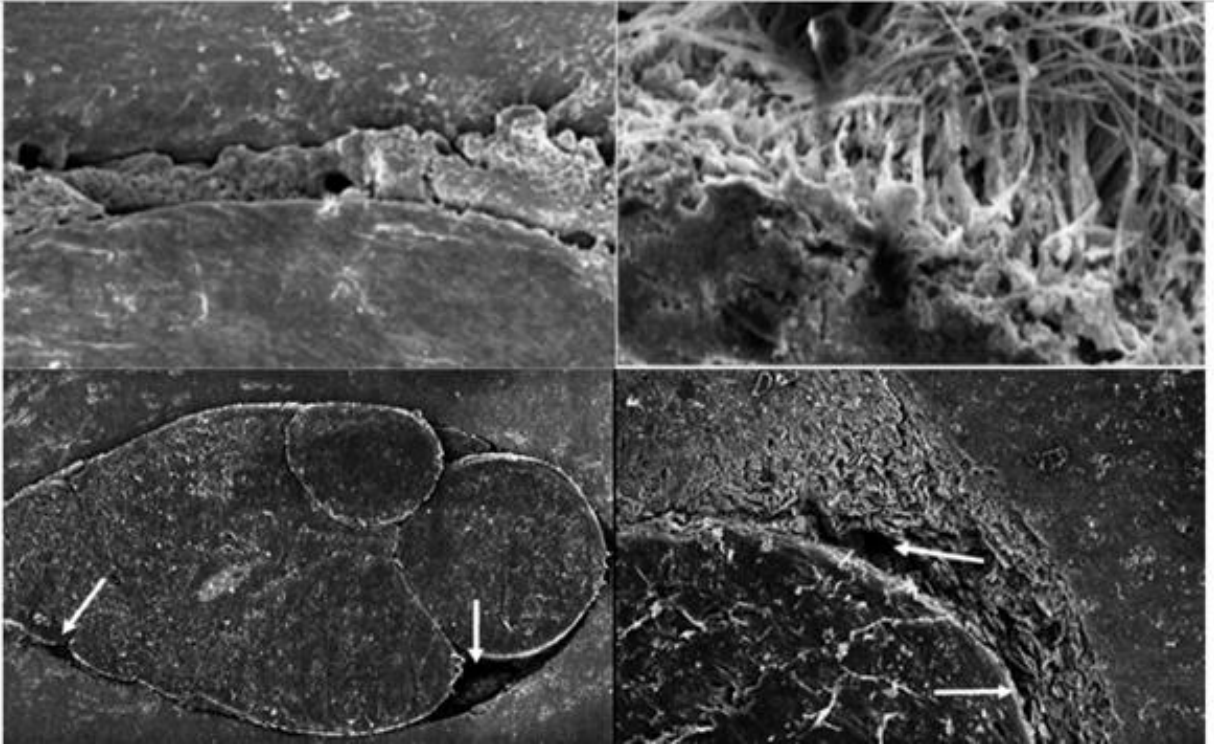
As mensurações deverão sempre ser realizadas por um examinador calibrado.



- A. Dispositivo em metal utilizado para lixar os espécimes.  
 B. Espécime sendo pressionado na máquina poltriz durante a realização do polimento.



- A. Aparelho metalizador Desk II Denton Vacuum.  
 B. Slices fixados em stubs metálicos após a metalização com a liga de ouro-paládio



Aquisição das eletromicrografias em microscopia de varredura, em aumentos sequenciais de 50, 75, 100, 120, 500 e 1000 vezes.

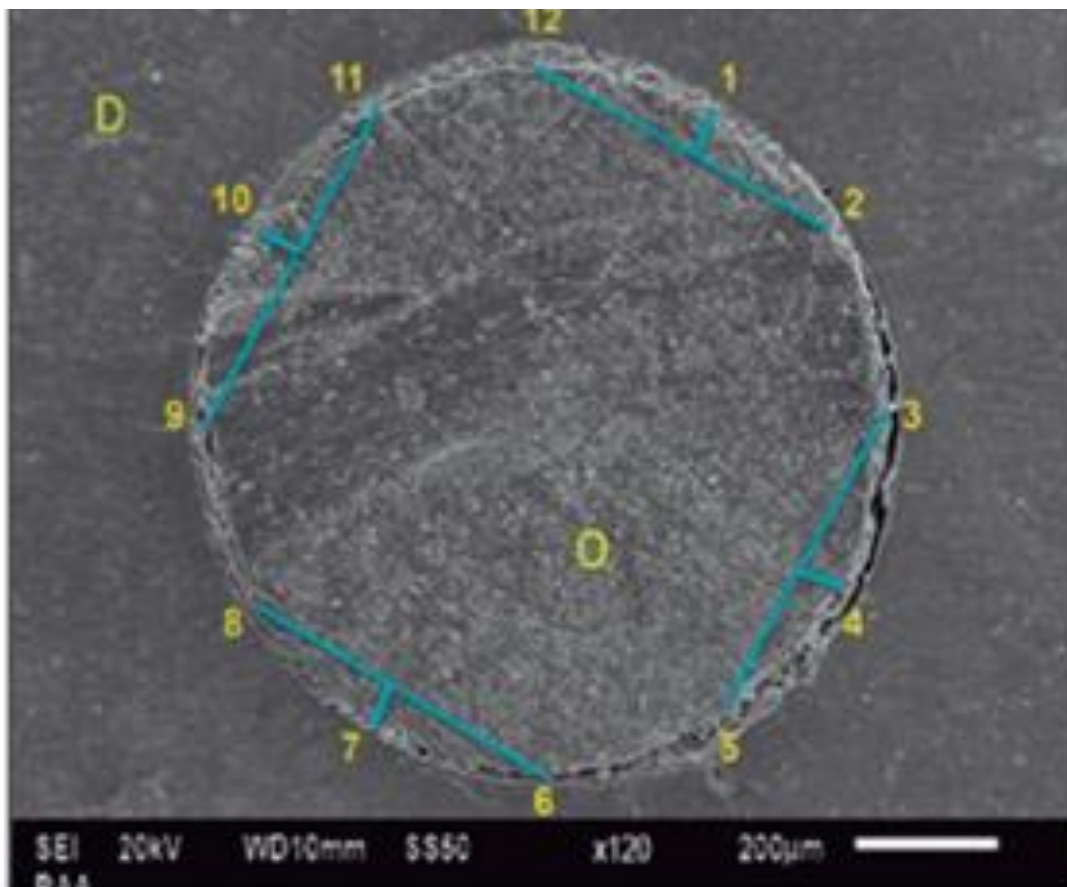
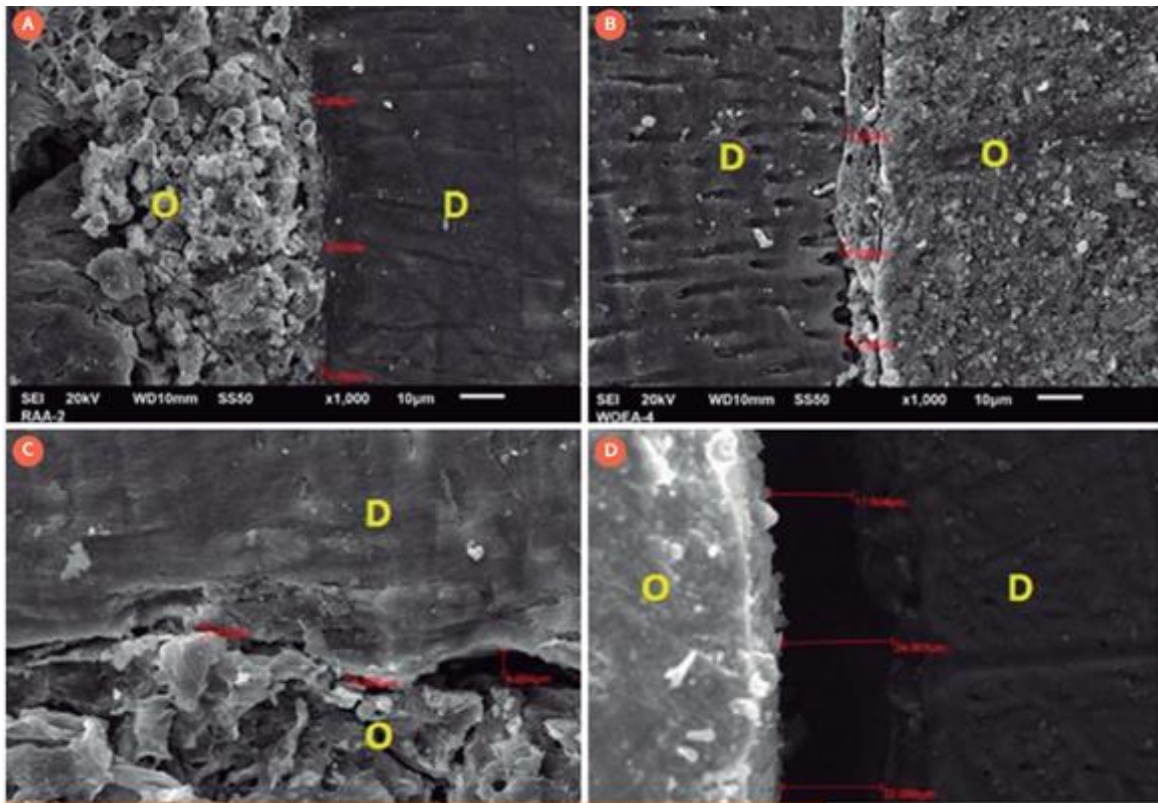


Ilustração da metodologia de análise da interface, em que serão realizadas doze mensurações, em pontos equidistantes, na interface dentina/material obturador com o intuito de identificar espaços vazios. (Lacunas ou gaps). D: dentina; O: material obturador





Eletromicrografia de microscopia eletrônica de varredura obtidas nas interfaces obturação/paredes dentinárias (1000x aumento). A- Escore 0 (seção em lacunas). B- Escore 1 (Seção com pequenas falhas, <1µm). C- Escore 2 (seção com muitas lacunas, entre 1µm e 10µm). D- Escore 3 (sem adaptação, lacunas > 10µm). D: Dentina; O: material obturador

## 2.2- Microscopia confocal a laser

Técnica utilizada para aumentar o contraste da imagem microscópica e construir imagens tridimensionais através da utilização de um orifício de abertura, que permite uma grande definição de imagem em amostras mais espessas que o plano focal. Além disso, pode ser utilizada para ensaios *in vivo* em tempo real.

As faces cervicais dos slices serão submetidas ao ataque ácido com ácido fosfórico 10% por 10 segundos.

A remoção do ácido será realizada com água destilada, e, em seguida, os corpos de prova inseridos em cuba ultrassônica preenchida com água destilada, onde permanecerão por 3 minutos, visando remoção adicional de qualquer resíduo.

Na sequência, os slices serão levados ao microscópio confocal a laser para obtenção de imagens da interface dentina/material obturador.

O espécime será posicionado junto ao aparelho de tal forma que a imagem fornecida pela objetiva de 10x de magnificação mostre o centro da obturação.

A partir dessa imagem, serão escaneadas e capturadas as imagens dos quadrantes de cada slice com magnificação de 20x, para possibilitar a visualização da profundidade de penetração do cimento no interior dos túbulos dentinários em cada quadrante.

Para melhor entendimento, os corpos de prova poderão ser divididos de acordo com a localização de aferição em: quadrante superior (a), direito (b), inferior (c) e esquerdo (d).

Após a obtenção de todas as imagens, será realizada a próxima fase da análise, que consiste na mensuração linear da extensão da penetração do cimento endodôntico através dos túbulos dentinários.

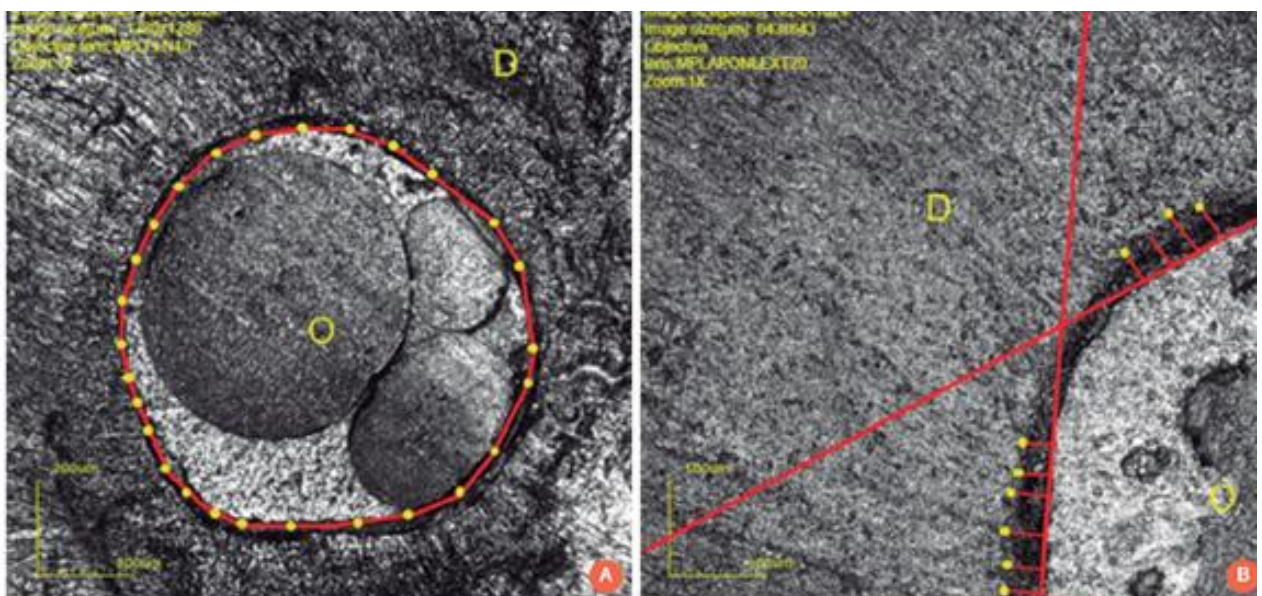
As mensurações serão realizadas por meio do mesmo programa de aquisição das imagens, utilizando-se uma régua de medida digital.

O ponto inicial da marcação será a partir da parede do canal radicular, seguindo-se a trajetória do canalículo dentinário até o ponto máximo de penetração do cimento endodôntico.

Em cada quadrante, serão realizadas 10 mensurações.



Microscópio Confocal a Laser 3D (Para este manual foi utilizado o Olympus LEXT OLS4000), utilizado na análise da interface dentina-material obturador.



Metodologia de mensuração e análise da interface dentina-material obturador em microscopia confocal a Laser. A- Análise do perímetro total de obturação. B- Análise da penetração de tags em 10 pontos da interface entre dentina e material obturador, em cada quadrante, neste manual utilizando software OLS4000. D: Dentina. O: Material obturador.

## TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO POR MEIO DE PUSH-OUT ACOPLADO AO MICRO-CT

### 1- Princípio

Um dispositivo mecânico desenvolvido recentemente, denominado *materials testing stage* (MTS), é acoplado à microtomografia computadorizada (micro-CT) para testar a resistência à compressão de tecido ósseo de rato.

O dispositivo MTS é composto por dois discos paralelos, sendo que o superior é móvel para possibilitar ensaio de compressão.

A substituição dos discos por suportes, que aprisionam as amostras, tem possibilitado a realização de ensaios de *push-out* e, assim, a verificação da centralização da amostra em diferentes angulações antes da tomada microtomográfica, bem como a comparação de imagens reconstruídas de micro-CT, provenientes do escaneamento da amostra antes e após o teste de *push-out*, para determinar a região onde houve a ruptura da massa obturadora.

Para realização do ensaio de *push-out* em microtomógrafo, é necessário o uso de dispositivos modificados, específicos para aplicação da carga, bem como para fixação e centralização dos espécimes.

Assim, são utilizados dispositivos de poliuretano com pinos cilíndricos de aço inoxidável, com pontas ativas de diâmetro compatível de acordo com os terços cervical, médio e apical do canal radicular.

Esses dispositivos são adaptados na parte superior do tubo de vidro e se encaixam com precisão no disco localizado no interior do tubo de vidro do MTS.

Outro dispositivo de poliuretano, fabricado com um orifício central de 2 mm de diâmetro, será montado sobre o disco inferior do MTS.

O orifício central permitirá o posicionamento do *slice*.

Para garantir o correto paralelismo dos espécimes, um tubo de acrílico (similar ao tubo de vidro do MTS) com um êmbolo será utilizado.

Em seguida, o disco superior do MTS será fixado no seu disco inferior, com o *slice* já posicionado sobre o dispositivo de poliuretano da base inferior.

Posteriormente, após o fechamento do compartimento da câmara do micro-CT, a fonte de raios X será acionada, e por meio da ferramenta Video Image do Programa de Controle SkyScan v.2 (exemplo utilizado neste manual) será possível visualizar a projeção da imagem do objeto na tela para verificar a posição perpendicular do espécime em relação ao pino da base superior.

Por meio da visualização dessas projeções iniciais, possíveis irregularidades na superfície do *slice* podem ser observadas, impossibilitando sua adequada adaptação na base inferior do MTS.

Ainda com a ferramenta Video Image ativada, mudanças na posição angular do objeto (rotação) deverão ser realizadas, o que garantirá o alinhamento e paralelismo do espécime.

Uma vez concluídos os ajustes necessários, será realizado o escaneamento inicial do aparato.

Em seguida, o comando para a compressão contínua será ativado no programa do MTS, iniciando-se o teste, e, ao contrário do teste de *push-out* convencional, o disco inferior se movimentará para cima, em direção ao pino da base superior.

O comando de parada será ativado com base na interrupção da trajetória ascendente da força quando surgir uma linha reta no gráfico do programa do MTS.

Após o teste de *push-out*, o aparato será submetido ao escaneamento final no micro-CT, com os mesmos parâmetros do escaneamento inicial, e os dados quantitativos e qualitativos serão comparados.

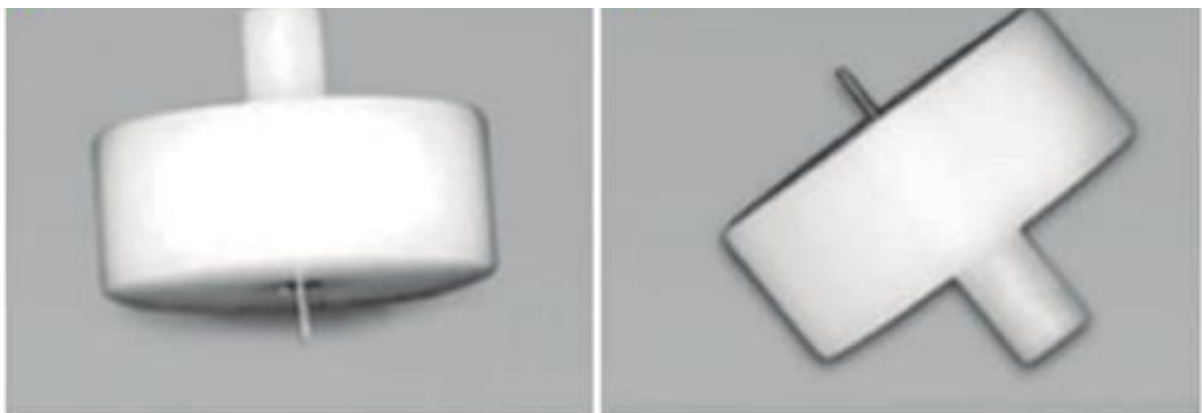
As imagens obtidas nos escaneamentos inicial e final dos slices serão reconstruídas usando o programa NRecon v.1.6.6.0, exemplar usado neste manual (Bruker-microCT, Kontich, Bélgica), o que resultará na completa representação da microestrutura interna de cada espécime.

Após as reconstruções iniciais e finais, as imagens serão sobrepostas e alinhadas no programa DataViewer v.1.5.0, exemplar usado neste manual (Bruker-microCT, Kontich, Bélgica) e analisadas, a fim de detectar o tipo de falha, bem como áreas de rupturas no material obturador ou dentina.

Essa metodologia assegura um alinhamento preciso e reprodutível do espécime, de modo que a haste a ser utilizada no teste de *push-out* não entre em contato com a camada de dentina quando o material obturador é pressionado.

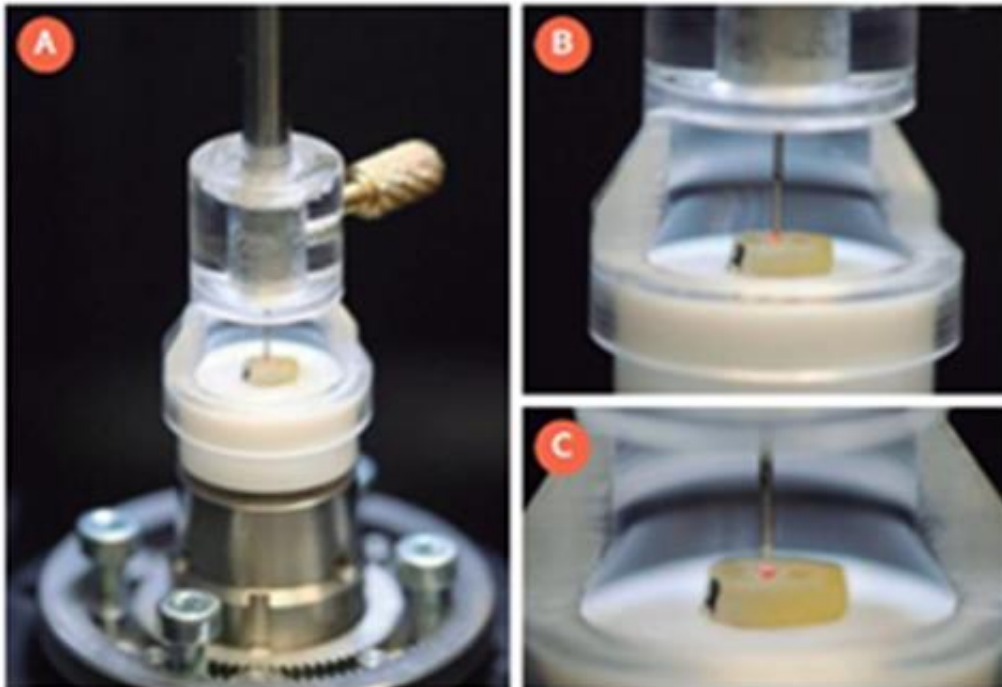


Componentes do dispositivo Materials Testing Stage acoplado ao microtomógrafo computadorizado 1174, para a realização de ensaios mecânicos. A- Disco superior. B- Disco inferior equipado com célula de carga de 222N.

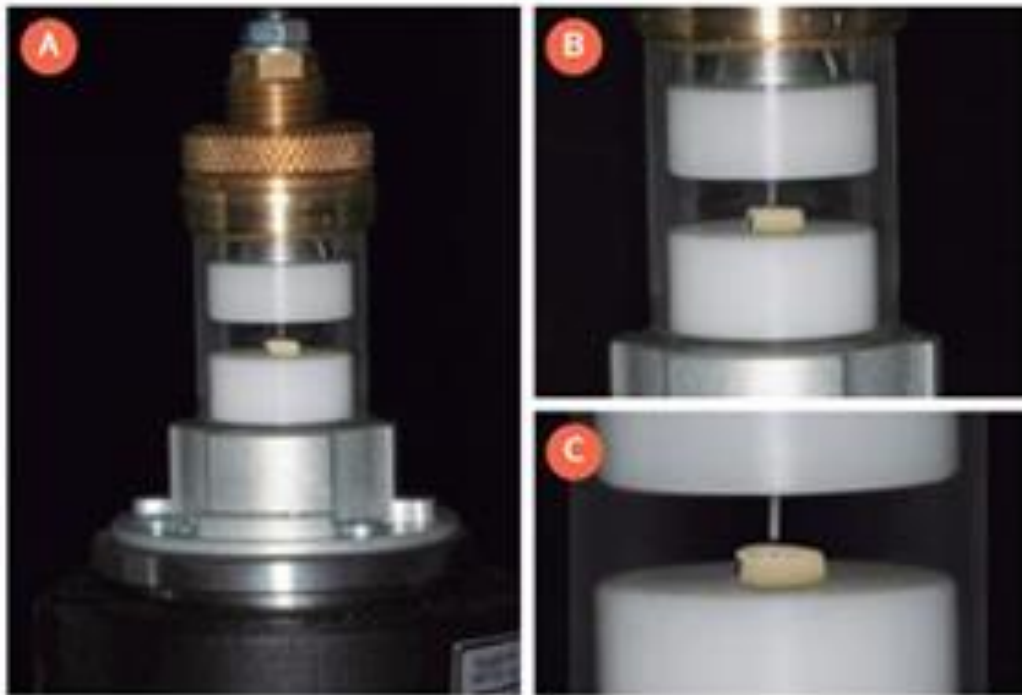


Dispositivo confeccionado em poliuretano com pino de aço com ponta de 0,4 mm de diâmetro (1/3 médio) criado sob medida para encaixe no tubo do aparelho MTS. A- Vista frontal. B- Vista lateral.

C- Encaixe e fixação do dispositivo de poliuretano na cápsula do MTS.



Tubo de acrílico confeccionado para garantir o correto paralelismo dos espécimes antes da realização do teste de *push out*. A-Dispositivo em acrílico posicionado sobre a base do MTS indicando o posicionamento correto do espécime. B e C - Detalhes da posição do espécime em relação ao pino "calibrador".



Dispositivo do MTS montado no interior do microtomógrafo computadorizado 1174. A- Discos superior e inferior do MTS fixados e inseridos no  $\mu$ CT. B e C- Detalhes do alinhamento do espécime.

## ANÁLISE DE ELEMENTOS FINITOS EM 3D

### 1- Princípios

Análise estrutural pelo método dos elementos finitos, que através de softwares específicos, nos fornece resultados de tensão, deformação e deslocamento de uma estrutura, equipamento ou produto.

Deverão ser obtidas imagens de micro-CT dos *slices* do terço cervical, médio e apical, a partir do escaneamento inicial de um espécime.

Na reconstrução, será possível dividir a imagem em regiões, reconhecendo-as como objetos independentes umas das outras e do fundo, caracterizando materiais obturadores e dentina.

Nessas imagens reconstruídas (composta por dentina, cone de guta-percha, cimento e pino) será estabelecido um modelo para a análise de elementos finitos 3D, simulando o teste de *push-out*.

Os dados obtidos em micro-CT serão importados no programa ScanCAD (Neste manual foi utilizado o Simpleware 4.1, Simpleware Ltd, Rennes Drive, Exeter, UK) para a realização da segmentação e fabricação de máscaras em formato stereolithography (STL).

Em seguida, o módulo de elasticidade [E] e o coeficiente de Poisson [ $\nu$ ], serão inseridos utilizando o comando ScanFE do programa Simpleware.

Após a determinação do módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson para a guta-percha, dentina e cimento obturador, malhas de elementos finitos serão geradas utilizando os elementos tetraédricos lineares de tipo C3D4 para os terços cervical, médio e apical.

Essas malhas serão importadas para o programa de elementos finitos (Neste manual foi utilizado o Abaqus 6.10- EF1 A).

Uma carga de pressão será aplicada na superfície superior da malha, simulando o pino de aço inoxidável usado no teste de *push-out*.

Essa carga representará o valor médio da força (N) verificado experimentalmente para os espécimes obturados com os diferentes cimentos testados, em cada terço radicular.

O modelo será suportado pela dentina nos três eixos ( $x = y = z = 0$ ).

Tensões equivalentes de von Mises ( $\sigma_vM$ ) serão obtidas, permitindo analisar qualitativamente a distribuição de tensões na interface dentina/material obturador.



Análise por meio de elementos finitos em 3D.

Imagens de slices: A- Terço cervical. B- Terço médio. C- Terço apical. Com a geração das malhas, fixação e aplicação da carga com pino cilíndrico simulado

## TESTE DE PUSH-OUT PARA MATERIAIS RETROBTURADORES

### 1- Princípios

A literatura evidencia que não existe uma metodologia específica para avaliar a resistência de união dos materiais retrobturadores, e, dessa forma, tem-se utilizado o mesmo protocolo do teste de *push-out* convencional para materiais obturados, o qual propõe o uso apenas dos *slices* do terço médio da raiz, sem considerar o fato de que a densidade, o diâmetro e o número de túbulos dentinários nessa região são maiores do que no terço apical, o que pode influenciar os resultados obtidos no teste.

### 2- Aplicação do teste

A amostra é preparada no terço radicular apical, e um dispositivo feito especialmente para essa finalidade é usado para manter os espécimes a 45° em relação ao plano horizontal durante todo o protocolo de preparação e restauração da retrocavidade, simulando a posição dos dentes no arco dentário.

Além disso, nessa metodologia, a força é aplicada na porção coronal do espécime, e o material retrobturador é empurrado na direção coroa-ápice.

Essa modificação na metodologia permite avaliar a resistência de união do material retrobturador às paredes dentinárias, ao longo de toda a extensão da retrocavidade.

A metodologia propõe que, após a realização do preparo biomecânico, as raízes deverão ser seccionadas perpendicularmente ao seu longo eixo, em dois pontos: a 2 mm do forame apical e, paralelamente ao primeiro corte, a 4 mm em direção cervical com disco dupla face (Neste manual foi utilizado o KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil).

Os cilindros de raízes obtidos serão centralizados individualmente, com cera número 7 (Neste manual foi utilizada a Epoxiglass, Diadema, SP, Brasil), em anéis de alumínio de 16 mm de diâmetro e 4 mm de altura, que deverão ser preenchidos com resina acrílica autopolimerizável incolor (Neste manual foi utilizada a Jet, Clássico Ltda, São Paulo, SP, Brasil).

Em seguida, as superfícies superiores e inferiores do conjunto raiz-anel de alumínio serão regularizadas com lixas d'água (Neste manual foram utilizadas as da 3M do Brasil, Sumaré, São Paulo, Brasil) de granulação de 400, 600 e 1.200, até que se obtenha espessura final de 4 mm.

Um dispositivo específico para esse teste, desenvolvido em aço inoxidável, é utilizado para posicionar o corpo de prova com angulação de 45° em relação ao plano horizontal, no momento do retropreparo.

Esse dispositivo possui em sua superfície angulada uma cavidade circular (19 mm de diâmetro x 4 mm de profundidade) com saída de água, para acomodar os corpos de prova no momento do preparo da retrocavidade.

O preparo da retrocavidade deverá ser realizado de acordo com o protocolo de cada estudo a ser desenvolvido.

Entretanto, recomenda-se o uso de aparelho ultrassom, que neste manual foi utilizado o Profi II US-AS (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil) na potência 3 com ponta diamantada para preparos apicais, que neste manual foram utilizadas as ST12D-Mani (Mani, Inc. Taka- nezawa, Tochigi-Ken, Japão), com dimensões de 2 mm de diâmetro maior x 1 mm de diâmetro menor.

No momento do preparo, a ponta ultrassônica diamantada será utilizada, por 17 segundos, com movimentos intermitentes de inserção/ remoção até que uma profundidade de dois terços de sua parte ativa seja atingida, correspondente a 2 mm, sob refrigeração constante com água destilada e deionizada.

Dessa maneira, a retrocavidade terá dimensões padronizadas de 2 mm de altura x 1,5 mm de diâmetro.

A fim de simular as condições clínicas, previamente ao preenchimento, a retrocavidade deverá ser irrigada com 2 mL de soro fisiológico, por meio de seringa e agulhas, que neste manual foram utilizadas as NaviTip (Ultradent Products, Inc., South Jordan, UT, EUA), e, em seguida, secas com cones de papel absorvente.

Um cone de guta-percha principal deverá ser inserido no sentido cérvico-apical e travado no limite do canal radicular com o preparo da retrocavidade, simulando a obturação do sistema de canais radiculares.

Em seguida, os cimentos retrobturadores a serem testados deverão ser manipulados de acordo com as recomendações de cada fabricante.

Após a manipulação, os cimentos serão inseridos na retrocavidade com auxílio de porta amálgama (Neste manual foi utilizado o da S.S. White Duflex Instrumentos Dentários, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), condensados por meio de condensadores de Paiva (Neste manual foi utilizado o da S.S. White, Duflex Instrumentos Dentários, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e brunidos (Neste manual foi utilizado o da S.S. White Duflex Instrumentos Dentários, Rio de Janeiro, RJ, Brasil).

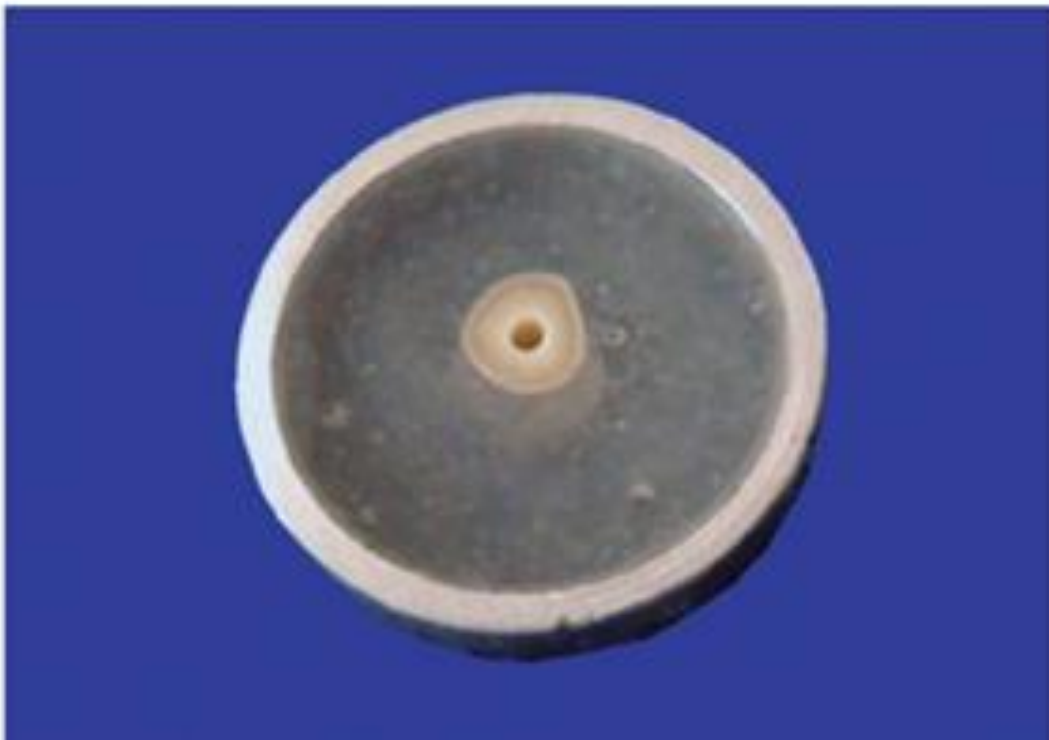
Decorridos três vezes o tempo de endurecimento de cada cimento, o cone principal de guta-percha deverá ser removido, e os corpos de prova preenchidos serão submetidos ao teste de *push-out* na máquina universal de ensaios, que neste manual foi utilizada a Instron Modelo 2519-106 (Instron, Canton, MA, EUA), dotada de célula de carga acoplada ao sistema oscilante, com velocidade de 1,0 mm/min.



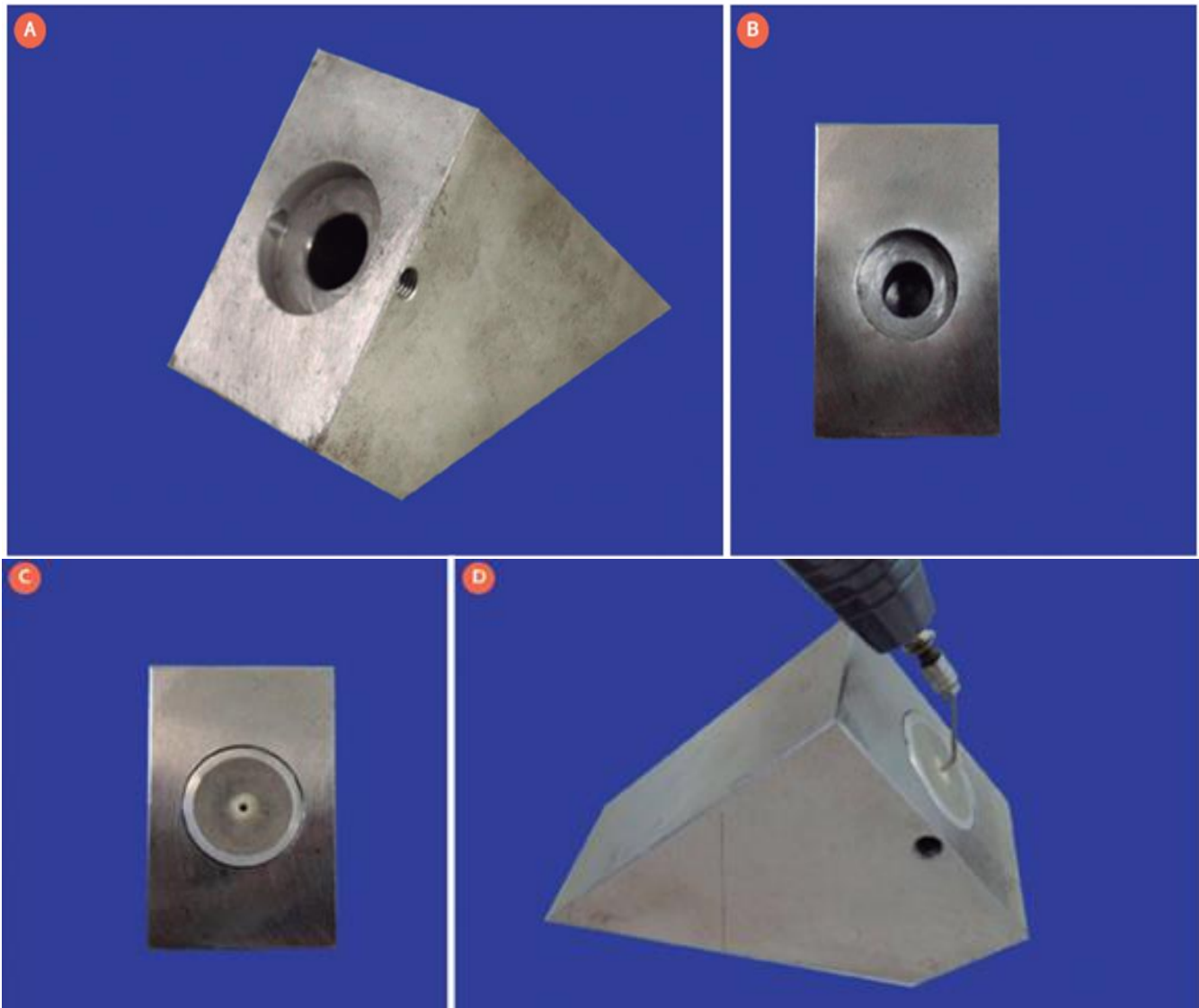
A fixação dos corpos de prova deverá ser feita de modo que a face cervical (com menor diâmetro) do canal radicular fique voltada para cima e alinhada à haste (1,0 mm de diâmetro x 5 mm de comprimento) utilizada para compressão do cimento retrobturador.

Assim como no teste de *push-out* convencional, a força necessária para o deslocamento do material obturador (F), em quilonewtons (kN), será transformada em tensão ( $\sigma$ ), em megapascal (MPa), dividindo o valor da força pela área de adesão do cimento retrobturador (SL), em mm<sup>2</sup>.

Assim, a fórmula utilizada será:  $\sigma = F / SL$ , sendo que o cálculo aproximado da área (SL) é obtido de acordo com a fórmula:  $SL = \pi Dg + (\pi D^2/4 - \pi d^2/4)$ ; onde: SL = área de adesão do cimento retrobturador;  $\pi = 3,14$ ; D = raio médio da retrocavidade, em mm; d = raio médio do canal radicular, em mm; g = altura relativa ao lado do tronco da retrocavidade, em mm.



Slice centralizado em anel metálico após inclusão com resina acrílica.

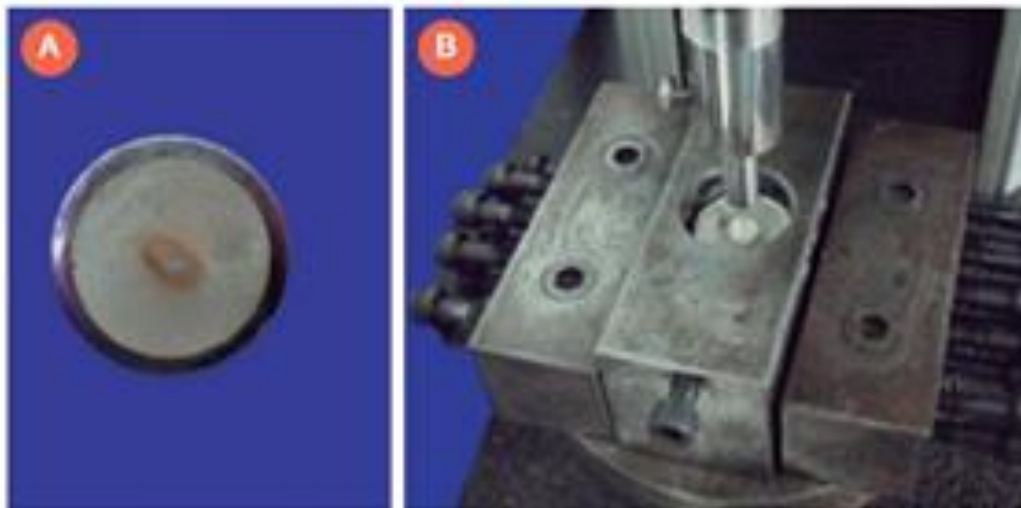


Dispositivo confeccionado em aço inoxidável para realização do preparo da retrocavidade.

A- Vista lateral. B- Vista frontal, com cavidade arredondada para posicionar o corpo de prova. C- Corpo de prova posicionado. D- Corpo de prova no momento do preparo da cavidade retrógada com ultrassom.



Inserção do cone principal de guta-percha #80 no interior do canal radicular no sentido cérvico-apical.



Realização do teste de push-out para materiais retrobturadores.

A- Corpo de prova preenchido com cimento retrobturador. B- Corpo de prova posicionado na Máquina

### **AValiação DO pH**

Para realizar esse teste, serão utilizados moldes de teflon com 20 mm de diâmetro interno e 1,5 mm de espessura. Os moldes serão colocados sobre uma fina lâmina de celofane sustentada por uma placa de vidro.

O cimento testado será manipulado obedecendo a relação pó/líquido ou pasta/pasta, e, em seguida, os moldes serão preenchidos.

Então, um fio de nylon ou similar com diâmetro aproximado de 0,5 mm será inserido, na massa do material amolecido.

Outra lâmina de celofane será colocada sobre o molde preenchido com o cimento.

Sobre esse conjunto, será colocada uma massa de 100 g.

O conjunto deverá ser levado a um ambiente a 37 °C e com umidade relativa de 95%.

Após três vezes o tempo de endurecimento, que deve ser previamente conhecido, a amostra será removida do molde e, depois da retirada de quaisquer resíduos ou partículas perdidas, os corpos de prova estarão prontos para o teste do pH.

Em um recipiente de 40 mm de diâmetro e com 50 mL de água destilada e deionizada com pH previamente medido, serão colocadas as amostras dos cimentos de tal maneira que estes fiquem imersos na água.

O recipiente deverá ser fechado cuidadosamente, impedindo que o corpo de prova entre em contato com as paredes do recipiente.

O conjunto será levado a estufa a 37 °C, e, após 3 horas, deverá ser realizada a primeira medida do pH.

As medidas subsequentes serão tomadas com intervalo de 24 horas, durante uma semana.

Para avaliar o pH do cimento imediatamente após a sua manipulação, o procedimento será o seguinte: uma porção do cimento deverá ser colocada em um tubo de ensaio, e, em seguida, serão adicionados 9 mL de água destilada deionizada.

O conjunto será levado a uma centrífuga por 5 minutos a 3.000 rpm.

Em seguida, será lido o pH do sobrenadante.

## **MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DAS SOLUÇÕES AUXILIARES NA INSTRUMENTAÇÃO DOS CANAIS RADICULARES**

A solução irrigante auxiliar durante o preparo do canal radicular é essencial na obtenção do sucesso do tratamento endodôntico.

No preparo biomecânico utilizam-se os seguintes meios:

- 1) mecânico – ação dos instrumentos no canal radicular, aplicação de técnicas de instrumentação;
- 2) físico – consiste no ato de irrigar e aspirar uma solução irrigante movimento hidráulico;
- 3) químico – ação química das soluções irrigantes.

Os meios químicos e físicos são auxiliares do mecânico.

O meio físico compreende a movimentação hidráulica de um líquido circulante – irrigação/aspiração.

O meio químico corresponde à ação das propriedades químicas que as soluções irrigantes apresentam.

Essas propriedades químicas dão às soluções irrigantes a qualidade de auxiliar, pois elas atuam no interior do canal radicular como antissépticas, solventes de tecidos, tanto orgânico como inorgânico, mudam o pH do meio, entre outras atividades.

Assim, a escolha de uma solução irrigante não é aleatória; ao contrário, deve estar relacionada com o caso em questão, para se obter melhor resultado quanto a limpeza e desinfecção.

É muito importante que o profissional conheça as propriedades químicas das soluções irrigantes para selecioná-la em cada caso particular.

## **CONCENTRAÇÃO DE CLORO ATIVO NAS SOLUÇÕES HALÓGENAS**

### **1- Princípios**

Na busca do sucesso no tratamento endodôntico, uma importância particular é dada à eliminação de detritos orgânicos do interior do canal radicular, pois sua decomposição favorece a presença de substrato para a proliferação de microrganismos.

A eliminação desses detritos orgânicos é realizada em grande parte pela ação puramente mecânica dos instrumentos durante o preparo biomecânico.

Ao associar-se uma solução irrigante durante o ato mecânico, propicia-se uma melhora considerável na limpeza, visto que à ação física de circulação do líquido pelo interior do canal radicular associa-se a ação química.

A ação química de solvência de tecidos, de poder antimicrobiano, e sua característica físico-química de baixa tensão superficial fazem da solução irrigante um auxiliar imprescindível.

Entre as soluções capazes de dissolver tecidos necróticos, as soluções de hipoclorito de sódio, em diferentes concentrações, são as mais utilizadas.

No mercado, verifica-se que as soluções de hipoclorito de sódio apresentam-se armazenadas em diferentes tipos de embalagens – vidro, plásticos colorido ou transparente –, sem qualquer controle de armazenagem por parte dos fabricantes, que normalmente não indicam data de fabricação e período de validade.

Assim, torna-se importante analisar o teor de cloro ativo presente nas diferentes soluções de hipoclorito de sódio encontradas no mercado, ou seja, o teor de cloro ativo do produto no momento de sua aquisição pelo consumidor.

Através da titulometria, método da iodometria, é possível determinar a quantidade de cloro ativo em uma solução de hipoclorito de sódio.

O iodo desloca o cloro ativo presente na solução na proporção de 1 mol para 1 mol.

Quando o tiosulfato de sódio é adicionado à solução, ocorre uma reação de oxirredução do iodo, sendo possível determinar a quantidade desta substância que está presente.

Portanto, o que está sendo titulado é o iodo, mas como ele está presente na mesma proporção que o cloro, sua concentração é facilmente determinada.

Para tanto, o seguinte método pode ser utilizado:

1. Fazer uma solução de tiosulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 0,1 N (dissolver 24,81 g desse produto e diluir para 1 L).
2. Fazer solução de iodeto de potássio (KI) a 60% (dissolver 6 g do produto em 10 mL de água destilada).
3. Aviar solução de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 10 N (diluir 53,3 mL de ácido para 100 mL).
4. Fazer solução de amido saturado a 2% (diluir 2 g de amido em 100 mL de água destilada).

## 2- Técnica

Com uma pipeta volumétrica de 10 mL, pega-se uma alíquota da solução em questão e transfere-se para uma proveta graduada de 100 mL.

Dilui-se com água deionizada para 100 mL.

Com uma pipeta volumétrica de 15 mL, transfere-se uma alíquota da solução diluída para um erlenmeyer de 250 mL.

Adiciona-se 1 mL da solução de iodeto de potássio.

Adiciona-se 1,7 mL da solução de ácido sulfúrico 10N.

Titula-se com tiosulfato de sódio 0,1N até que a solução em questão fique límpida.

Verifica-se a presença de iodo adicionando-se algumas gotas da solução de amido saturado.

Efetuar os seguintes cálculos:  $0,0036 \text{ g Cl}_2 \pm 1 \text{ mL tiosulfato de sódio} \times \pm y$  (volume de tiosulfato gasto na titulação)  $100 \text{ mL} \pm y$  (resultado de cloro ativo na diluição – multiplica-se por 10)  $15 \text{ mL} \pm x$ .

O resultado será expresso em gramas de cloro ativo em 100 mL ou em porcentagem.

### Tensão superficial:



Gotas de orvalho sobre as folhas da vegetação e insetos caminhando sobre a água são exemplos da diferença de tensão superficial. A tensão superficial é uma propriedade físico-química que determina a penetrabilidade, molhabilidade ou impermeabilidade de uma substância líquida em outro líquido ou sólido. Quanto menor ela for, maior será a capacidade da solução em penetrar ou esparramar-se em outras substâncias, promovendo assim íntimo contato entre as partes.. Quanto menor a tensão superficial do líquido usado, maior será esse contato. Daí a importância em determinar este fenômeno para os materiais utilizados na irrigação de canais radiculares, materiais de protéticos de moldagem e até de resinas e adesivos utilizados nas restaurações em dentisteria por exemplo.

Isto irá depender dos valores de suas forças: coesivas ( $F_c$ , força de atração resultante das forças que as moléculas do líquido exercem entre si) e adesivas ( $F_a$ , resultante das forças que as moléculas da superfície, em contato, exercem sobre as do líquido). Uma gota de água colocada sobre um vidro limpo se estende sobre ele porque a atração da água pelo vidro ( $F_a$ ) é maior do que a atração das moléculas de água entre si ( $F_c$ ).

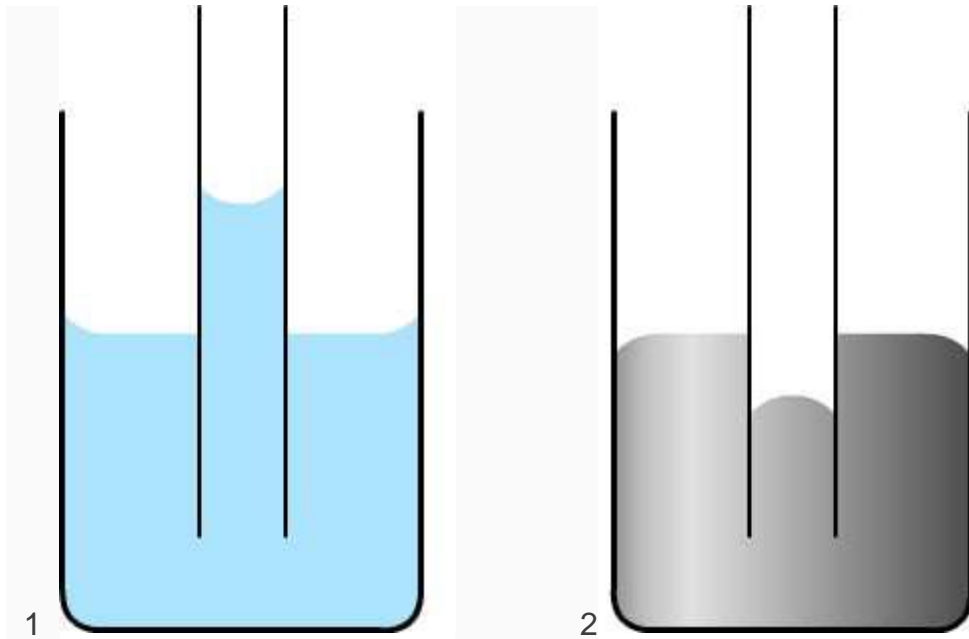
A exemplo de como a força da coesão do mercúrio é bem maior do que a força de adesão do vidro, uma gota de mercúrio colocada sobre um vidro adquire a forma arredondada. Com base nesse fato, a água, que tem uma das mais altas tensões superficiais dos líquidos usuais, pode ter essa tensão diminuída pela presença de agentes tensoativos.

Quando se adicionam os tensoativos, as suas moléculas se posicionam entre as da água, diminuindo ainda mais as forças coesivas e, conseqüentemente, a sua tensão superficial. Então, a força total  $S$  será maior em direção as forças adesivas, isto é, em direção as moléculas do corpo em contato, e, assim, as moléculas da água tendem a se agregar mais ao corpo, contribuindo para que a água se subdivida facilmente e se espraie, umedecendo o corpo que toca. Essa grandeza pode ser definida também como molhabilidade

Para a determinação da tensão superficial, pode-se utilizar o método de ascensão capilar proposto por Moore em 1968, que consiste em utilizar tubos capilares de vidro com diâmetros internos previamente determinados. O valor conhecido da tensão superficial será calculado a partir da seguinte equação:

$$TS = \frac{h \cdot r \cdot d \cdot g}{2}$$

onde:  $TS$  é a tensão superficial do líquido em dinas/cm elevado a menos 1;  $h$  é a altura da coluna líquida no capilar em centímetros;  $r$  é o raio interno do capilar em centímetros;  $d$  é a densidade do líquido em questão, em  $g/cm^3$ ;  $g$  é a aceleração da gravidade em  $cm/S^2$ .



Exemplo da diferença de tensão superficial entre a água 1 , e o mercúrio 2.

A mensuração dessa tensão pode também ser realizada utilizando diferentes tipos de tensiômetros, cujo princípio similar se baseia em: mergulhar um objeto sólido no líquido de interesse, determinar o comprimento da linha de contato sólido-líquido, e medir a força adicional aplicada sobre o objeto pelo líquido observado. A tensão superficial é então obtida dividindo-se a força medida pelo comprimento determinado.

Como a densidade é um valor necessário para a aplicação na fórmula do método de ascensão capilar , este assunto será tratado no tópico a seguir:

### **Densidade:**

A densidade é uma grandeza que expressa a razão entre a massa de um material e o volume por ele ocupado .Uma proveta de 100 mL é colocada sobre uma balança analítica, sendo esta zerada. Em seguida, colocam-se na proveta 100 mL do líquido a ser testado; o valor de sua massa será fornecido pela balança. Para se obter a densidade do líquido, basta dividir a massa pelo volume, sendo o resultado expresso em  $\text{g/cm}^3$ .



$$\text{densidade} = \frac{\text{massa}}{\text{volume}} \rightarrow d = \frac{m}{v}$$

Isso significa que, quanto menor o volume ocupado por determinada massa, maior será a densidade.

### Viscosidade:

Para o estudo da viscosidade de líquidos, pode-se utilizar o viscosímetro de Ostwald. Esse aparelho tem como base o tempo de escoamento de um bulbo cheio da solução a ser testada através de um capilar, quando sujeito à força de seu próprio peso. Para o desenvolvimento da técnica, é necessário um padrão; nesse caso, a água destilada deionizada.

Para a obtenção da viscosidade relativa de um líquido, medem-se os tempos de escoamento do líquido e da água no mesmo viscosímetro, mantendo o volume e a temperatura constantes. Os termos  $r$ ,  $g$ ,  $h$ ,  $V$  e  $l$  da equação (01) são os mesmos para ambos os líquidos, assim, a razão entre as viscosidades do líquido (1) e da água (2), é dada pela equação:

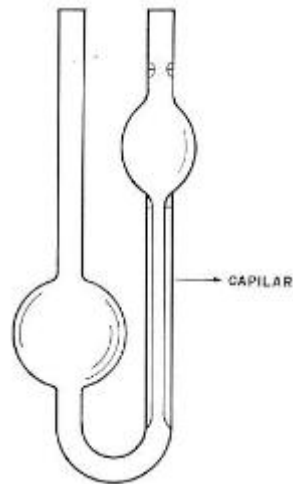
$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{\rho_1 t_1}{\rho_2 t_2}$$

Onde:

$\eta$  = coeficiente de viscosidade (letra grega eta)

$t$  = tempo gasto para o líquido fluir

$\rho$  = densidade do líquido



Viscosímetro de Ostwald

### Condutividade:

A água pura é má condutora de electricidade. Um grande número de solutos, não introduz modificação na capacidade da água conduzir a corrente eléctrica. São exemplos a acetona, o açúcar, que não formam íons em solução aquosa. Designam-se por não electrólitos . Outras substâncias, ácidos, bases e sais, em solução aquosa formam soluções iónicas, boas condutoras e chamam-se eletrólitos. A condutividade de determinadas soluções está diretamente ligada à quantidade de íons em solução.

Para aferição da condutividade de determinada solução podemos utilizar o condutímetro.



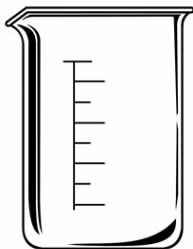
**Capacidade de umectação:**

O teste da capacidade de umectação, avalia a infiltrabilidade de determinada solução no interior ou entremeio a um sólido poroso ou através fios entrelaçados.

Pode ser mensurado pelo método de DRAVES , modificado por Pécora e colaboradores.

Um importante teste que avalia as soluções irrigadoras em endodontia , observando a capacidade em entranhar no complexo sistema de canais radiculares.

Em um Béquer de 250 ml , é despejado 200 ml da solução a ser testada. Fios de algodão são cortados em tamanhos padronizados de 2cm de comprimento , e dispensados na altura da borda do Béquer e no centro da solução. O tempo decorrido entre o contato com a solução até atingir o fundo do Béquer é chamado de tempo de umectação. Quanto menor o tempo , maior a capacidade de umectação da solução.



250ml

**REFERÊNCIAS:**

1. Metodologia científica : ciência, ensino, pesquisa [recurso eletrônico] / Organizador, Carlos Estrela. – 3. ed. – Porto Alegre : Artes Médicas, 2018.