



1150015943



FOP

T/FFO G937c

RENÉ GUERRINI - C. D.

**CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DOS CIMENTOS DE SILICATO**  
— VARIÇÕES DE VALORES DE pH —

Tese apresentada à Faculdade de Farmácia  
e Odontologia de Piracicaba, para obtenção  
do título de Doutor em Ciências (Tecnologia  
dos Materiais Dentários).

PIRACICABA — S. P.  
1964

RENÉ GUERRINI - C.D.

CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DOS CIMENTOS DE SILICATO

— Variações de Valores de pH —

Tese apresentada à Faculdade de Farmácia e Odontologia de Piracicaba, para obtenção do título de Doutor em Ciências (Tecnologia dos Materiais Dentários).

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

**BIBLIOTECA**

T309

PIRACICABA - S.P.

1964

N.º auto: 9937 c

V. \_\_\_\_\_

Tombo bc/15943

CM 000345340

Bub id 052195

A meus pais e irmãos a quem devo  
minha formação profissional -  
HOMENAGEM

A minha espôsa e filha  
DEDICO

Ao Professor Doutor FRANCISCO DEGNI — pela dedi  
cação paciente com que nos orientou e pela confiança amigã  
com que nos distinguiu — o nosso reconhecimento sincero.

É também muito profunda a nossa gratidão:

ao Professor Doutor CARLOS HENRIQUE ROBERTSON LIBERALLI, Diretor da Faculdade de Farmácia e Odontologia de Piracicaba, pelo amparo contínuo e sábia orientação que nos dispensou;

ao Professor Doutor LUIZ ANTONIO RUHNKE, pelas oportunidades que nos proporcionou e pelos incentivos com que nos encorajou;

e

a quantos nos confortaram com seu carinho, estimulando-nos com suas sugestões, ou conosco de qualquer forma colaborando: no trabalho de datilografia, ou na elaboração dos gráficos.

## S U M Á R I O

	P.
0 - RELAÇÃO DAS ILUSTRAÇÕES	6
1 - INTRODUÇÃO	7
2 - REVISTA BIBLIOGRÁFICA	13
3 - PROPOSIÇÃO	19
4 - MATERIAIS	21
5 - APARELHAGEM E MÉTODO	24
5.1 - pH dos líquidos	24
5.2 - pH dos líquidos diluídos em água	24
5.3 - pH dos pós em suspensão em água	25
5.4 - Preparo dos corpos de prova	28
5.5 - Determinação do pH	32
6 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	36
6.1 - Esclarecimentos sobre os quadros e gráficos	36
6.2 - Interpretação dos gráficos	42
6.2.1 - Cimento "A"	42
6.2.2 - Cimento "B"	44
6.2.3 - Cimento "C"	46
6.2.4 - Cimento "F"	49
6.3 - Discussão	52
7 - CONCLUSÕES	60
8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	61

## RELAÇÃO DAS ILUSTRAÇÕES

	P.
FIG. 1 - Potenciômetro	27
FIG. 2 - Balança Mettler	27
FIG. 3 - Instrumental utilizado para o teste de consistência e para o preparo dos corpos de prova	30
FIG. 4 - Laje com termômetro	30
FIG. 5 - Instrumental complementar para a determinação do pH	35
FIG. 6 - Estufa com pesa-filtros	35
Fotografia do gráfico do Cimento "A"	43
Fotografia do gráfico do Cimento "B"	45
Fotografia do gráfico do Cimento "C"	47
Fotografia do gráfico do Cimento "F"	50

NOTA:- Tôdas as fotografias foram executadas pelo Autor com equipamento da Faculdade de Farmácia e Odontologia de Piracicaba.

## 1 - INTRODUÇÃO

Por mais profunda que seja uma caminhada pela história da civilização, sempre se encontrará, nos mais longínquos primórdios, a preocupação com o combate às doenças que afligiam o homem. E, entre estas, desde eras muito remotas, deparamos com as que hoje pertencem ao campo da Odontologia. Lá estão, no ramo da Cirurgia, as extrações dentárias; no setor da Prótese, o restabelecimento das arcadas com elementos artificiais; e, no campo da Dentística Restauradora, a recomposição parcial da coroa afetada por cárie ou traumatismo.

Documentos históricos, dos mais autênticos (49) narram que os Babilônios e os Egípcios, entre 4 500 e 4 000 A.C., já se haviam familiarizado com os metais: ouro, prata, cobre e chumbo. Eram os três primeiros de uso comum em ligas; o último, em técnicas de laboratório.

BROWN (5) diz que "os mais antigos dentistas viveram no Egito, num período compreendido entre 3 000 A.C. e a época de Heródoto, em 450 A.C."

ASBELL (2), em uma de suas contribuições à história da Odontologia, informa que peças protéticas construídas pelos antigos Fenícios (1 000 A.C.) foram descobertas em recentes pesquisas arqueológicas.

Naquela época, talvez ainda não fôsse praticada a restauração de dentes cariados. É possível que ela viesse a surgir com a idéia de Celsus, no primeiro século da -

nosssa era. (50). Recomendava êle que, antes de se fazerem extrações de dentes ôcos, se preenchessem as cavidades com fios apropriados de linho, com chumbo, com grafite ou com outras substâncias. Visava, com isso, previnir a fratura dos dentes, sob a pressão do instrumental de extração.

Segundo MARTIN & SCHATZ (35), há 1 500 anos, os índios das Américas Central e do Sul utilizavam "cimentos" para fixar incrustações de jade, principalmente em caninos superiores. Acrescentam que êsse cimento foi investigado por vários estudiosos e o resultado de seu espectrograma revelou a presença dos seguintes elementos:

( + = concentração relativa )

Cálcio	3+	Silício	1+
Magnésio	2+	Alumínio	1+
Ferro	2+	Cobre	1+
Sódio	1+	Manganês	1+
Bário	1+	Prata-vestígios	
Estrôncio	1+	Vanádio-vestígios	

Dizem ainda os autores que "essa composição química corresponde aos ingredientes do nosso atual cimento Portland," concluindo "que o cimento preencheu sua finalidade após 1 500 anos".

Fauchard, no século XVII, já utilizava um cimento composto de cêras, terebentina, resina copal branca, misturadas em baixa fusão, que se introduzia nos canais dos

dentos, para a fixação de pivôs (51).

Para os pesquisadores daquela era, constituía as sunto primordial a busca de materiais restauradores, capazes de corresponder às exigências tanto de função quanto de estética.

A porcelana fundida, introduzida na Odontologia em 1789 (51), foi considerada como um dos mais importantes inventos da sua história. Além de suas propriedades físicas, ideais para a época, apresentava o fator preponderante de estética.

Estética, em Dentística Restauradora, é "a ciência de copiar a Natureza" (53) e, admitindo-se esse conceito, "constataremos que só em 1843, com Sorel, é que se iniciou a fase das restaurações estéticas". (7).

Ao redor de 1870, surgiu o cimento fosfato de zinco, empregado na profissão em 1879. Já o cimento de silicato foi introduzido na Odontologia cinco anos mais tarde (52).

MANLY et alii (34) dizem que o primeiro autêntico cimento silicoso foi descoberto por Fletcher, em 1871. Constituíam-se de um pó, produzido pela fusão da alumina, sílica e óxido de cálcio. Esse pó — misturado a um líquido contendo, a princípio um sal de tungstênio e soda em solução gelatinosa e, posteriormente, em ácido fosfórico (18) — produzia uma massa plástica com que se efetuavam restaurações.

Foi, entretanto, em 1878 (28, 44) ou 1879 (46) que Fletcher descobriu e patenteou cimentos translúcidos à

base de silicato, embora êste privilégio, segundo CORRÊA (7), coubesse a Weston.

Steenbock, químico alemão, por volta de 1903 - (44), conseguiu um cimento de silicato que, em 1904, foi modificado e introduzido no comércio por Ascher, recebendo o nome de "esmalte artificial".

PARULA et alii (47) dizem que os cimentos de silicato apareceram na profissão em 1908 sob o nome de porcelana sintética.

"O silicato de "Ames" era descrito em 1909"(34). Os mesmos autores dizem que, em 1916, Voelker fazia um resumo do desenvolvimento dos silicatos, dando informações - sobre cinco dêles, muito utilizados naquela época.

Vários outros cimentos foram surgindo, com pó - constituído basicamente de sílica e líquido com predominância de ácido fosfórico. Podem-se citar o Silicoll, de Winkell; o Sintético, de De Trey's e o Translucim, apresentando propriedades físicas superiores às dos mais antigos(7).

SKINNER & PHILLIPS (65) citam uma fórmula geral, correspondente a um grande número de cimentos atualmente fabricados. "Os pós constituem-se, principalmente, de substâncias vitrificadas, solúveis em ácidos: sílica ( $\text{SiO}_2$ ) - alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) - óxido de cálcio ( $\text{CaO}$ ) - fluoreto de sódio ( $\text{NaF}$ ), fluoreto de cálcio ( $\text{CaF}_2$ ), fluoreto de sódio e alumínio ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ) ou combinações dêsses componentes".

A silicona foi adicionada aos cimentos com o intuito de reduzir a solubilidade (4).

Recentemente apareceram no comércio silicatos -

com fibras de vidro (Achatit, Sanisil). Alegam seus fabricantes que se aumenta a resistência à compressão e se diminui a solubilidade. Dizem, também, que a adição de fibras de vidro ameniza a ação irritante sobre a polpa, quando desguarnecida de isolante.

Os líquidos dos cimentos de silicato são compostos por solução aquosa de ácido fosfórico, fosfatos de zinco e de magnésio, como agentes neutralizadores, em adição ao fosfato de alumínio (66).

Pelo que aí fica, pode-se notar que êsse material restaurador, desde o seu aparecimento, vem passando por vários aperfeiçoamentos, visando melhorias de suas propriedades.

Muitos trabalhos demonstram a preocupação dos estudiosos em pesquisar e procurar melhorar as características dêste material no tocante, principalmente, à solubilidade e conseqüente desintegração (1, 3, 4, 7, 9, 16, 19, 31, 35, 37, 41, 60, 71, 72), bem como à resistência à compressão (3, 4, 7, 34, 37, 38, 61, 62). Pouco, entretanto, revelam os autores sobre a toxicidade, conseqüente à acidez acarretada pelo uso indispensável da solução de ácido ortofosfórico.

PAFFENBARGER et alii, em 1 938 (44), e SOUDER & PAFFENBARGER, em 1 942 (69), mencionam a acidez dos cimentos de silicato, fazendo referências aos trabalhos de CROWELL (8), publicados em 1 927.

Êste ponto foi omitido pela American Dental Association, em sua Especificação nº 9, para cimentos de sili-

cato, publicada em várias edições: janeiro de 1 938 (44), julho de 1 950 (43), janeiro de 1 958 (57), janeiro de 1 960 (58) e 5ª e última, em 1 962/63 (56).

Analisando os elementos acima enumerados, dentro da bibliografia disponível, observa-se que pouco se tem feito no que diz respeito à acidez do cimento de silicato. Além do mais, os autores que chegamos a consultar não preconizam um método adequado para estabelecer as variações de valores de pH, após diferentes espaços de tempo determinado.

Tendo em vista essas observações, o presente trabalho objetiva reexaminar o problema, com dois fitos primordiais: verificar a exatidão dos dados obtidos por outros estudiosos, e determinar, se possível, a variação dos valores de pH dos cimentos de silicato.

oooOooo

## 2 - REVISTA BIBLIOGRÁFICA

Se algum material restaurador se tornou de uso rotineiro em Odontologia, é êle o cimento de silicato. Talvez sòmente o amálgama o chegue a superar.

Tal conclusão parece ter fundamento, pois em 1928, LEWIS (29) já clamava que "o uso dos cimentos de silicato é no momento tão difundido na Odontologia, que êles se tornam dignos de um estudo mais sério".

GARRETT, em 1942 (20), fazendo um estudo desse material, com a colaboração de dentistas, sob a orientação do National Bureau of Standards, assegurou que "aproximadamente 11.000.000 de restaurações a silicato eram efetuadas anualmente nos Estados Unidos da América do Norte".

PRIME (55), "consultando trinta profissionais, verificou que num total de 28.729 restaurações, as de silicato correspondiam a 11,4%".

Observa-se, pois, que o cimento de silicato é material de largo emprêgo na prática profissional. Todavia, apesar de todo o esforço já feito, ainda resta muito por se fazer no melhoramento de suas propriedades. Antes de mais nada, a atenção se volta para o problema da acidez do material. Essa característica parece constituir a causa preponderante da irritação da polpa, chegando mesmo a provocar-lhe a mortificação.

"A irritação provocada pelos cimentos dentários sôbre a polpa tem sido demonstrada por Manley, na Inglaterra

ra; Shrof, em Nova Zelândia e Zander, nos Estados Unidos" (76). Êsses histologistas foram coadjuvados por dentistas, que observaram clinicamente a irritação da polpa e até mesmo a sua mortificação. Tais conseqüências não seriam resultados de manobras operatórias, mas, apenas do material usado: o cimento de silicato.

"A irritação da polpa pelo cimento silicoso apresenta um grave problema", diz GARRETT (20). Tal assertiva é endossada por TINGLEY (72).

Pesquisas de PALLAZZI, em 1 924 (45), FASOLI, - 1 924 (17), MANLEY, 1 936 (32) e GURLEY & VAN HUYSEN, 1 937 (23), realizadas em cães, revelam que o cimento de silicato causa sérias reações pulpares. MANLEY (33) demonstra, em 1 942, que reação similar ocorre em dentes humanos.

ZANDER (75) cita, como conseqüência da ação do cimento de silicato, a infiltração celular, chegando à formação de abscessos pulpares e à necrose da polpa. Depois - de uma série de pesquisas clínicas e de laboratório, conclui que o cimento de silicato é altamente irritante e que as reações mais intensas formam as encontradas em dentes - de jovens.

"Qualquer cimento, cujo líquido se baseie no ácido fosfórico, danifica a polpa. O dano, causado pelo cimento fosfato de zinco é menos grave e mais transitório que o causado pelo cimento de silicato". (42).

Para DELGADO (12) a influência sobre o órgão pulpar é um fator decisivamente negativo nos silicatos.

Outros autores (6, 21, 27, 39, 59, 60, 70, 73, 77),

são de opinião que êsse material é prejudicial à polpa, em virtude da penetração do ácido fosfórico livre, nos canalículos da dentina, causando mesmo a mortificação pulpar.

Para CORRÊA (6), a mortificação pulpar, devido à restauração com cimento de silicato, é ainda assunto controvertido.

SKINNER (78) julga que as irritações da polpa sejam devidas a: 1) pressão; 2) penetração do ácido ortofosfórico, já citado em parágrafo anterior, e 3) drogas usadas na cavidade, com a finalidade de esterilizá-la.

Eis a expressão de FAGGART (15), em um dos seus trabalhos: "falhas técnicas são frequentemente as causadoras da irritação pulpar". Para êste A. a irritação pulpar é causada por falhas do operador e não apenas pelo material propriamente dito.

PINCUS (54) atribui a ação destrutiva aos fluoretos utilizados como fundentes nos cimentos e que, entrando em reação, formam ácido fluorídrico.

O arsênico foi um dos primeiros componentes acusados de causar irritações na polpa. Todavia, os atuais cimentos de silicato, que obedecem à Especificação nº 9 da American Dental Association, não se afastam da tolerância por ela prescrita. Fica, pois, atualmente, afastada a hipótese da nocividade dos silicatos, quanto ao arsênico.

Em DOUBLEDAY (13), encontra-se a opinião seguinte: "o efeito irritante é devido à ação do ácido fosfórico e do fosfato ácido de alumínio que se forma durante a reação".

Vários pesquisadores trabalharam e opinaram no intuito de corrigir esta propriedade desfavorável do cimento de silicato.

EBERLY (14) introduziu o uso de sabão, para neutralizar o ácido dos silicatos.

HARVEY et alii (26) são da opinião que "a acidez do cimento de silicato é considerável (pH = 1,6) quando colocado em contacto com o dente".

Ao que parece, o primeiro a investigar a variação do pH dos cimentos de silicato foi CROWELL (8), em 1927. Esse autor pôde afirmar que a maioria dos pós de silicatos eram ligeiramente alcalinos, com pH variável de 7,5 a 7,6. Os líquidos eram bastante ácidos, com pH de 1,9 a 2,3. Acrescentava, ainda, que a mistura pó/líquido se apresentava bastante ácida aos 15 minutos. Tal acidez decrescia lentamente até chegar à quase neutralidade ao cabo de 24 horas. Acreditava, também, que esse pH ácido era a causa da mortificação pulpar, pois o material se apresenta ácido não só durante a manipulação, como até 24 horas depois dela.

Em 1939, EBERLY (14) também afirma que "à medida que a reação prossegue o pH aumenta, de modo a situar-se, no final, nas proximidades da neutralidade".

Com o correr do tempo, alguns estudiosos trabalharam com esse material, procurando reduzir-lhe a acidez e buscando métodos para determinar-lhe o potencial hidrogeniônico. Entretanto SKINNER & PHILLIPS (63) afirmam que "é difícil a mensuração da acidez da mistura, no cimento,

durante a reação de prêsa ou após esta, e que as variações exatas de pH não são, provávelmente, bem conhecidas".

Êsses mesmos autores dizem que "quando as mensurações foram feitas com o cimento em água destilada, a acidez decresceu rapidamente na maioria dos casos, à medida que o cimento endurecia. Nessas condições experimentais, aproximou-se da neutralidade em 24 horas".(68).

PASSOS (48), em um dos seus trabalhos referentes à proteção pulpar, diz comprovar o baixo potencial hidrogênio do cimento de silicato, sendo necessária a proteção das paredes da cavidade que recebe êsse material restaurador. Conclui que "só após 24 horas de manipulado, o cimento de silicato aproxima-se da neutralidade(pH = 6,9)".

O mesmo autor encontrou para o líquido de silicato um pH igual a 1,9 e para o pó, 9,5.

Outros estudiosos (4, 7, 36, 62, 71), pondo à prova a solubilidade dêsse material, utilizavam água destilada para a realização dos ensaios.

VOELKER (74) justifica seu método da seguinte forma: "decidi fazer todos os meus testes primeiramente em água, pois sendo esta o principal componente da saliva, será provávelmente o principal fator na dissolução dos silicatos".

CROWELL (8) foi, ao que parece, o primeiro a utilizar água destilada para ensaiar e verificar a variação de pH dos cimentos de silicato. Após êsse trabalho, os demais pesquisadores também lançaram mão da água para testar a acidez e solubilidade dos cimentos.

"Sendo impossível, a um ensaio "in vitro", reproduzir tôdas as condições bucais, a imersão em água destilada é aceitável, como método de ensaio padrão, a ser utilizado em laboratório" (64).

Desde a época em que surgiu na Odontologia o cimento de silicato até os dias atuais, três observações se podem estabelecer:

- a) que a acidez é marcante e perniciosa à polpa;
- b) que pesquisadores asseveram seu potencial hidrogeniônico baixo, no momento da colocação na cavidade e sua quase neutralidade após 24 horas, e
- c) que métodos de ensaio em água destilada são tidos como padrão.

oooOooo

### 3 - PROPOSIÇÃO

Sendo o cimento de silicato muito difundido, com largo emprêgo em Odontologia, torna-se necessário estudar as variações de pH de alguns silicatos, correntemente usados na atualidade, sejam fabricados no país ou no estrangeiro. A existência de pesquisadores que, embora em pequeno número, atribuem o dano da polpa a outras causas que não a acidez, e a escassez de contribuições na literatura especializada — fatores que, ambos se agravam mutuamente — foram causas determinantes do presente estudo, que se propõe a:

1) - Determinar, nos cimentos de silicato, os valores de pH, desde os primeiros momentos após a aglutinação, até o período de 48 horas, e verificar, nesse período de tempo, se todos os cimentos, ou alguns dêles atingem a neutralidade.

2) - Verificar quais os cimentos que alcançam um máximo de pH no mais curto espaço de tempo.

3) - Determinar, em todos os cimentos, a proporção pó/líquido oferecida pelo teste de consistência, relacionando-a, quanto às variações de pH, com a proporção preconizada pelo fabricante.

4) - Determinar, pelo método adotado, os valores de pH dos líquidos, dos pós em suspensão, dos líquidos di-

luídos, bem como verificar se maiores quantidades de pó,  
para uma constante de líquido, influenciariam no pH ini-  
cial da massa.

oooOooo

Do retrospecto bibliográfico, depreende-se que o cimento de silicato é considerado material nocivo à polpa dental, em decorrência de sua acidez. Ainda existem dúvidas quanto a sua neutralidade, mesmo após 24 ou 48 horas a partir da aglutinação pó/líquido.

O potencial hidrogeniônico (pH) pode ser definido como: "o logaritmo da recíproca do ion-Hidrogênio em concentração" (24), ou "logaritmo negativo do ion de hidrogênio em normalidade" (25), ou ainda, pH de uma solução, é o cologaritmo da concentração hidrogeniônica, em ions-grama por litro ( $\text{pH} = \text{colg} \left[ \text{H}^+ \right]$ ).

A mais simples explanação é aquela em que o valor pH é expresso por um número entre 0 (zero) e 14 (quatorze), denotando várias unidades de acidez ou alcalinidade. Os valores abaixo de 7 (sete) e aproximando-se de 0 (zero) indicam a acidez, enquanto os valores de 7 (sete) a 14 (quatorze) indicam a alcalinidade. "A água pura tem pH igual a 7 (sete)" (24). Êste valor de 7 (sete) significa neutralidade.

Êste trabalho destina-se a estudar os cimentos de silicato em suas variações de pH, observando a seguinte conduta: depois da preparação e após espaços de tempo pré determinados, o corpo de prova é reduzido a pó; em seguida êste pó é dissolvido em água desmineralizada, levando-se a mistura ao potenciômetro, para se determinar o valor de pH.

Foge ao escôpo dêste trabalho a preocupação de - um estudo pormenorizado do aspecto físico-químico do fenômeno de ionização sôbre sua constante de dissociação, bem como outras considerações sôbre pormenores das concentrações hidrogeniônicas das soluções. O fito é traçar rápidas considerações a respeito do potencial de hidrogênio do cimento de silicato, ou seja do seu pH "expressão proposta - por SORENSEN, que ainda hoje é aceita universalmente" (30).

O trabalho se fêz com seis produtos de diferentes origens, encontrados no mercado especializado. Os seis foram designados por letras maiúsculas, a fim de facilitar a exposição.

Apresenta-se, a seguir, a legenda explicativa - dos materiais adquiridos.

PRODUTO	FABRICANTE	CÓ- DI- GO.	DATA	LOTE	CÔR.
-1- S. S. White Filling	S.S.White Den- tal Company	"A"	abr. 63	pó 171 líq. 161	21
-2- Sintrex	L.D. Caulk Com pany	"B"	abr. 63	051112	21
-3- Astralit	Dental Filling do Brasil S/A	"C"	abr. 63	p. 12032 1.109010	21
-4- De Trey's Syn thetic Porce- lain	L.D. Caulk Com pany - U.S.A.	"D"	jun. 60	p. A-551 1. A-956	40
-5- Achatit	Etablissement Vivadent Shaan	"E"	jun. 63	5363	3
-6- Sanisil Armiet	F.Miedler D.G.	"F"	jun. 63	- -	3

oooOooo

## 5 - APARELHAGEM E MÉTODO

### 5.1 - pH dos líquidos

O primeiro passo foi a verificação do potencial hidrogeniônico de 5 ml dos líquidos de cada cimento, dados êstes obtidos por meio de um potenciômetro, marca Metrohm, tipo E 196 S, de fabricação Metrohm Ltd. Herisau (Switzerland) - (FIG. 1).

Para calibrar o potenciômetro, usou-se uma solução tampão de Biftalato de Potássio, que, preparada a 0,05 M, apresenta pH 4,0 (40).

### 5.2 - pH dos líquidos diluídos em água

0,4 ml dêstes mesmos líquidos foram diluídos, um por vez, em 25 ml de água desmineralizada, e obtidos os valores de pH.

A quantidade de 0,4 ml era obtida por meio de uma seringa hipodérmica (tipo "Luer" - "Neo-Ipav" para tuberculina, de 1 ml com divisões de 2/100) com agulha "Delta" ou "Reine", de aço nºs 40x8 e 30x7 respectivamente. - (FIG. 3 - nº 2). Deve-se notar que o vidro original de líquido era aberto uma só vez, pois, nesse momento, o líquido era vertido em um frasco esterilizado, fechado com tampa de borracha e lacrado com proteção de Metal. (FIG. 3 - nº 3).

A agulha era introduzida no vidro através da borracha e, por sucção da seringa, extraía-se a quantidade de líquido desejada. Idêntico processo foi empregado por GRUNEWALD et alii (22).

### 5.3 - pH dos pós em suspensão em água

Finalmente, foram tomados os valores de pH de 1,0 grama de cada pó dos cimentos, em suspensão em 25 ml de água desmineralizada. As quantidades de pó, em gramas, foram obtidas por meio de uma Balança elétrica METTLER, tipo H 15, de sensibilidade para 0,0001 grama (FIG. 2).

Todos os ensaios foram realizados com o potenciômetro a 25°C aproximadamente, e os resultados dêles se encontram na TABELA I.

Tanto a proporção de 1,0 grama de pó para 25 ml de água, como a quantidade de 0,4 ml de líquido, e ainda a temperatura de 25°C, ensaiadas no potenciômetro, basearam-se no trabalho de CROWELL (8). Vem dêsse mesmo autor o procedimento de imersão de 0,5 ml da massa de cimento em 25 ml de água destilada.

T A B E L A I

CIMENTOS	pH (média de no mínimo 3 ensaios)		
	*	**	***
"A"	1,40	2,30	6,40
"B"	1,55	2,30	6,30
"C"	1,50	2,60	6,50
"D"	1,60	2,30	6,40
"E"	1,50	2,30	6,50
"F"	1,30	2,20	6,50

\* - pH dos líquidos (5 ml)

\*\* - pH de 0,4 ml diluídos em 25 ml de água

\*\*\* - pH de 1,0 grama de pó em suspensão em 25 ml de água

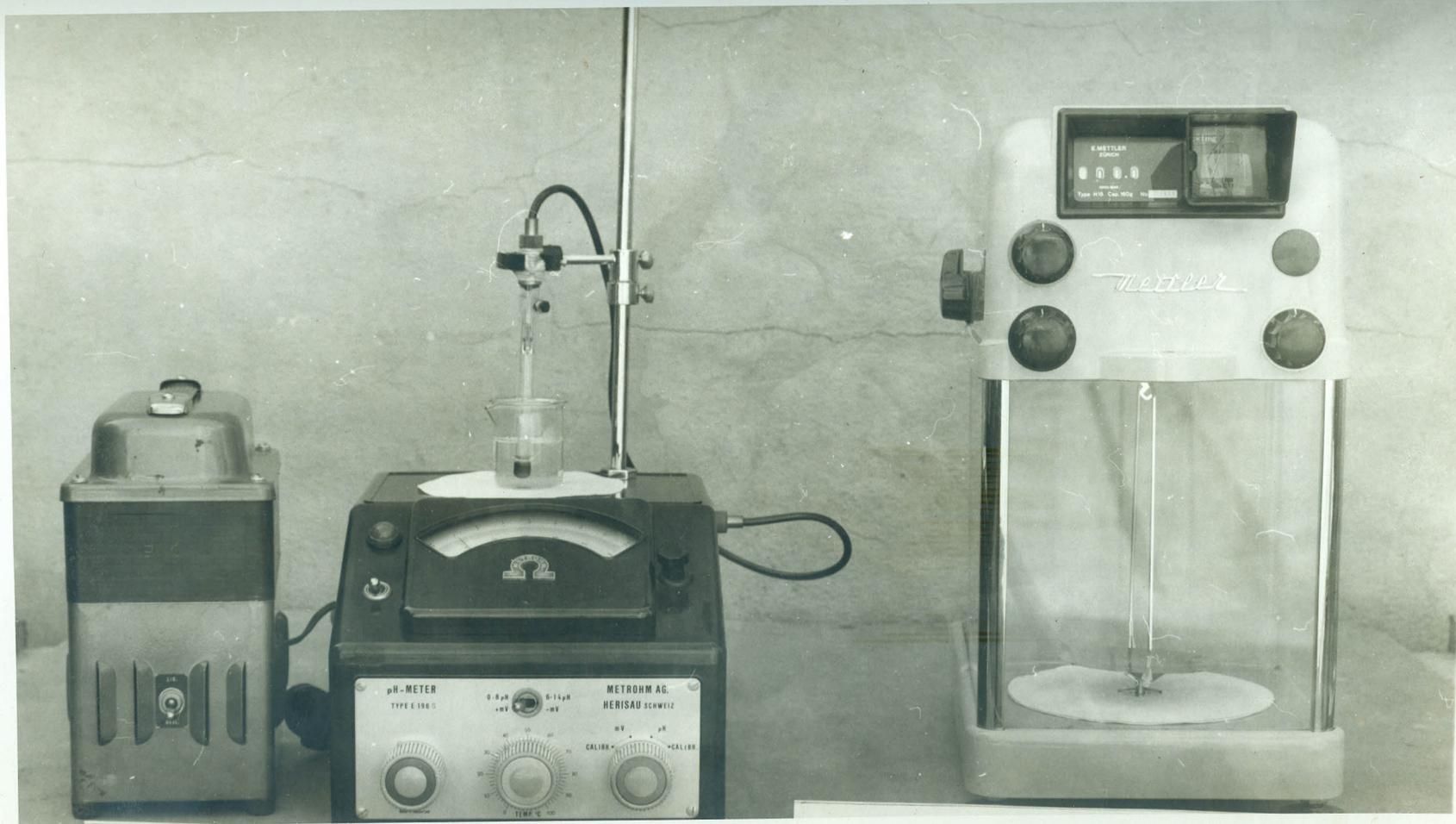


FIG. 1 - POTENCIÔMETRO

FIG. 2 - BALANÇA METTLER

#### 5.4 - PREPARO DOS CORPOS DE PROVA

O primeiro passo antes da preparação dos corpos de prova, foi a realização do teste de consistência. O método utilizado para o preparo dos corpos de prova, bem como para a verificação do teste de consistência, é o que consta da "Especificação nº 9 da American Dental Association", de 1 962/63 (56).

O instrumental utilizado para essas duas operações é apresentado nas FIGS. 3 e 4.

Diante da dificuldade de encontrar-se no mercado especializado uma laje provida de termômetro, para a manipulação do material, foi necessário confeccionar uma, da seguinte forma: rasgou-se uma canaleta em uma das faces de duas placas de vidro, de 13 mm de espessura. Estas placas foram unidas e coladas com bálsamo do Canadá, de modo a coincidirem as canaletas. Formou-se assim uma cavidade profunda, de secção circular. Depois de enchê-la de água, introduziu-se nela um termômetro sensível de álcool. O orifício de entrada foi vedado com material de moldagem à base de borracha e cêra rosa nº 7. Depois de pronta, apresentava as seguintes dimensões: 150 mm de comprimento; 75 mm de largura e 26 mm de espessura, aproximadamente. (FIG.4).

A aglutinação se fazia sôbre essa laje, à temperatura de  $23 \pm 2$  °C e com umidade relativa entre 55 e 75% (56). A quantidade de líquido extraído, por meio da seringa, foi constante: 0,4 ml. Para essa quantidade fixa, variavam as proporções de pó, em miligramas, como segue:

SILICATO "A"	1.200 - 1.300 - 1.400 - 1.500 - 1.550 1.600 - 1.650 - 1.700
SILICATO "B"	1.200 - 1.300 - 1.400 - 1.450 - 1.500 1.550 - 1.600 - 1.650 - 1.700
SILICATO "C"	1.000 - 1.100 - 1.150 - 1.200 - 1.250 1.300
SILICATO "D"	1.200 - 1.300 - 1.400 - 1.450 - 1.500 1.550 - 1.600 - 1.650 - 1.700
SILICATO "E"	1.200 - 1.300 - 1.400 - 1.500 - 1.600 1.650 - 1.700 - 1.750 - 1.800
SILICATO "F"	1.200 - 1.300 - 1.400 - 1.450 - 1.500 1.550 - 1.600 - 1.650 - 1.700

Em todos os ensaios seguiu-se rigorosamente a Especificação nº 9 da American Dental Association (56), tomando-se sempre o cuidado de limpar cuidadosamente o instrumental, preservando-o de quaisquer partículas já solidificadas.

As quantidades de pó, obtidas por pesagem, eram colocadas sôbre a laje, (FIG. 4) à temperatura indicada, divididas em duas metades. Uma destas metades era, por sua vez, dividida em duas, formando quartos do total. O tempo de aglutinação foi sempre de 60 segundos, obedecendo à seguinte marcha: inicialmente a metade do pó era incorporada ao líquido e aglutinada por 15 segundos; em seguida, um dos quartos era aglutinado, também por 15 segundos; completava-se a aglutinação com a incorporação, durante 15 segun

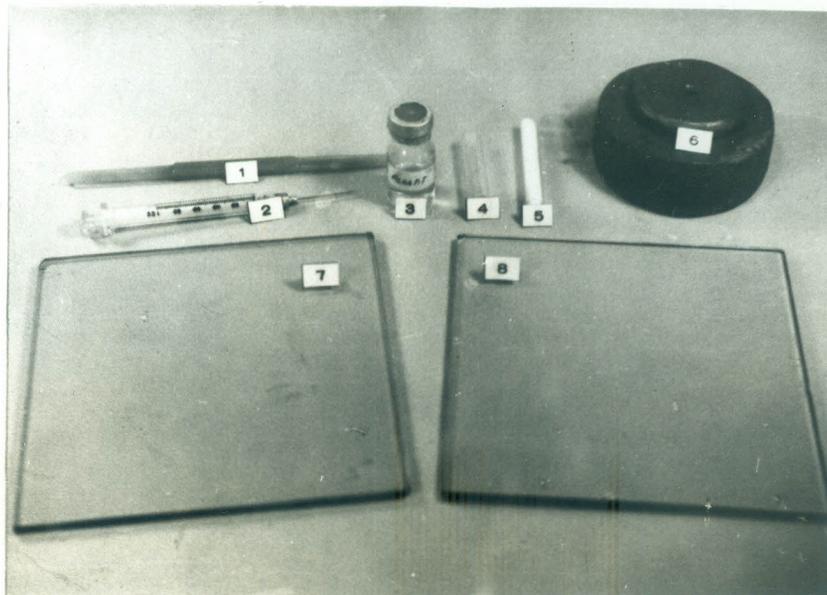


FIGURA - 3

- 1 - ESPÁTULA DE ÁGATA
- 2 - SERINGA HIPODÉRMICA
- 3 - FRASCO COM LÍQUIDO
- 4 - TUBO DE VIDRO GRADUADO
- 5 - ÊBOLO DE VIDRO
- 6 - PÊSO DE CHUMBO
- 7 e 8 - PLACAS DE VIDRO

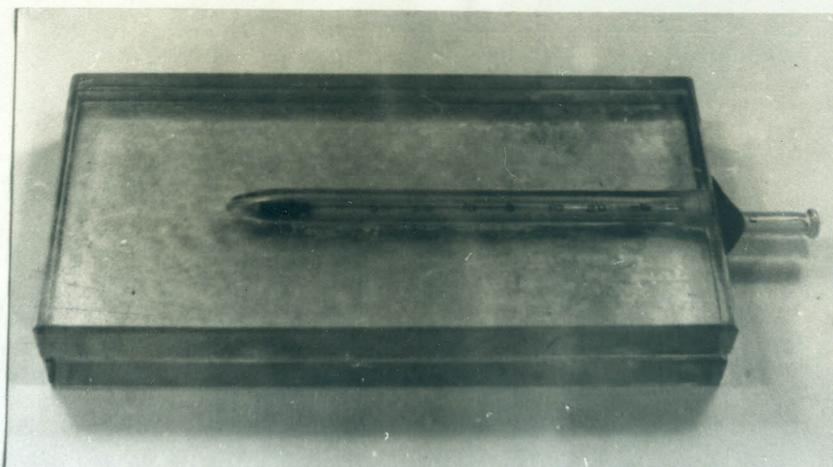


FIG. 4 - LAJE COM TERMÔMETRO

dos, do último quarto; por fim, durante os últimos 15 segundos, manipulava-se a massa toda.

A espátula utilizada para o preparo do cimento era de ágata (FIG. 3 - nº 1). A aglutinação se fazia com movimentos lineares num ângulo de  $10^{\circ}$  em relação à horizontal.

O cimento assim preparado era introduzido no tubo graduado (FIG. 3 - nº 4). Estando já o êmbolo (FIG. 3 - nº 5) introduzido na outra extremidade, marcando 0,5 ml, a medida do cimento era automaticamente de 0,5 ml.

A placa de vidro (FIG. 3 - nº 8) a ser colocada sobre a massa de cimento pesava 275 gramas. Somados a -- 2.225 gramas do pêso de chumbo (FIG. 3 - nº 6) daria exatamente 2.500 gramas.

Da massa preparada, eram retirados 0,5 ml e depositados sobre a placa (FIG. 3 - nº 7). Dois minutos após o início da aglutinação, colocava-se, sobre a massa ainda plástica, a placa (FIG. 3 - nº 8); e sobre esta, o pêso de chumbo. Realizaram-se vários ensaios, até que a média dos diâmetros maior e menor da massa comprimida chegasse a  $25 \pm 1$  mm. Esse resultado era obtido após dez minutos do início da aglutinação.

A consistência da mistura se obtém pela quantidade de pó que se precisa juntar a 0,4 ml de líquido, para que 0,5 ml de massa, sob a compressão de 2 500 gramas, forme um disco de  $25 \pm 1$  mm de diâmetro, em três ensaios sucessivos.

São os seguintes os resultados obtidos, para os

testes de consistência:

<u>SILICATO</u>	<u>PÓ</u> (mg)	<u>LÍQUIDO</u> (ml)
"A"	1.700	0,4
"B"	1.600	0,4
"C"	1.250	0,4
"D"	1.600	0,4
"E"	1.800	0,4
"F"	1.600	0,4

#### 5.5 - DETERMINAÇÃO DO pH

Conforme sugestão do orientador dêste trabalho - (10), não se utilizaram as frações de 50 mg de pó, quantidade de nenhuma influência sôbre a trajetória da variação do pH, no tempo de ensaio. Apresentando o cimento "C" características especiais, isto é, proporção baixa para o teste de consistência (1.250 mg/0,4 ml), levou-se em consideração apenas para êle, a variação de 50 mg desprezada para os demais.

Os cimentos de silicato "D" (De Trey's) e "E" - (Achatit) foram abandonados no decurso das experiências, - por duas razões: por se tornarem difíceis de encontrar no mercado especializado e por se considerarem insuficientes os dados com êles obtidos até certo ponto dos trabalhos.

A FIG. 5 ilustra o instrumental complementar utilizado para a determinação do pH.

Os cimentos foram manipulados do modo já descrito, variando as quantidades de pó para a constante 0,4 ml do líquido respectivo. Da massa preparada, 0,5 ml foram colocados em uma lâmina de vidro (FIG. 5 - nº 6), por sua vez depositada, com o auxílio da pinça (FIG. 5 - nº 2), no suporte dos corpos de prova no interior do pesa-filtro. - Este pesa-filtro era imediatamente colocado em uma estufa, à temperatura de 37°C. Essa estufa (FIG. 6) era de marca HERAEUS - tipo RB - 500, nº 00209 da W.C.Heraeus CMBH, Hanau. No interior do pesa-filtro havia uma pequena quantidade de água para possibilitar um meio com 100% de umidade relativa.

Tomou-se o cuidado de reduzir a espessura do corpo de prova para facilitar sua posterior trituração.

Para essa operação, o corpo de prova era removido da lâmina de vidro e colocado em um gral de porcelana - (FIG. 5 - nº 1). Triturava-se inicialmente com um pistilo maior, terminando o trabalho com um menor (FIG. 5 - nº 4 e 5). Uma vez pulverizado, o material era dissolvido em 25 ml de água desmineralizada. Após rápida e enérgica agitação com o bastão de vidro (FIG. 5 - nº 3), a mistura era levada ao potenciômetro, previamente calibrado para pH igual a 4,0. Como já se disse, os valores de pH foram obtidos a uma temperatura de aproximadamente 25°C.

Para cada quantidade de pó dos cimentos, realizaram-se as verificações de pH, após o decurso dos seguintes espaços de tempo, a partir da aglutinação: 1) - imediatamente depois, com o corpo de prova ainda em estado plásti-

co; 2) 15 minutos; 3) 30 minutos; 4) 60 minutos; 5) -  
120 minutos; 6) 180 minutos; 7) 6 horas; 8) 12 horas; 9)  
24 horas e 10) 48 horas. Cada uma das quantidades de pó  
foi submetida a um mínimo de três verificações para cada -  
espaço de tempo, isto é, trinta leituras.

Cumprе esclarecer que, em caso de necessidade, o  
número de testes foi aumentado, inclusive refazendo os que  
apresentaram possibilidades de defeitos.

oooOooo

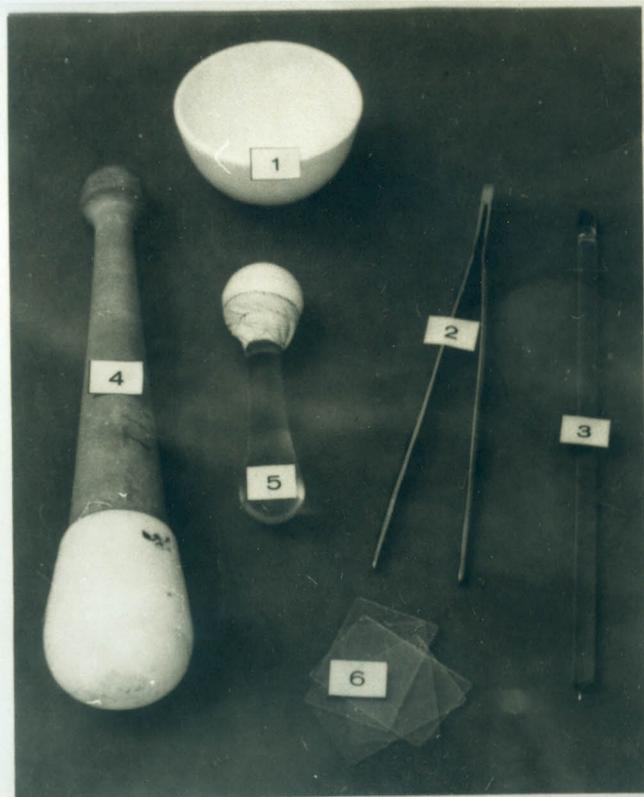


FIGURA - 5

- 1 - GRAL DE PORCELANA
- 2 - PINÇA AUXILIAR
- 3 - BASTÃO DE VIDRO
- 4 - PISTILO GRANDE
- 5 - PISTILO PEQUENO
- 6 - LÂMINAS DE VIDRO

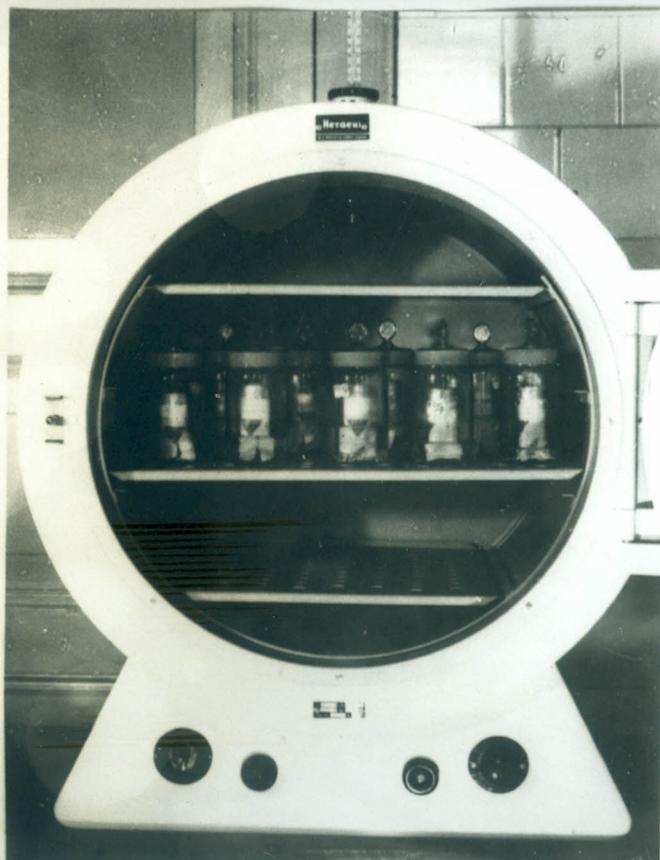


FIG. 6 - ESTUFA COM PESA-FILTROS

## 6 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

### 6.1 - Esclarecimentos sôbre os quadros e gráficos

Os quadros I, II, III e IV condensam os resultados das experiências realizadas com os vários cimentos. Para facilidade de interpretação, são convenientes os seguintes esclarecimentos:

Na primeira coluna, alinham-se as quantidades em mg de pó utilizadas para um volume constante de 0,4 ml de líquido. O asterisco (\*) ressalta, aos olhos do leitor, o teste de consistência obtido nos ensaios.

Nos quadros I e IV, dois asteriscos (\*\*) assinalam as proporções preconizadas pelos fabricantes.

Nas colunas seguintes encontram-se os valores de pH nos espaços de tempo registrados na primeira horizontal.

No quadro II, correspondente ao cimento "B", há falhas na última horizontal. Não se computaram os valores de pH em sete espaços de tempo (0, 15, 30, 60, 120, 180 minutos e 48 horas), porque, com a proporção 1.700 mg/0,4 ml, mais alta que a proporção do teste de consistência, a manipulação se torna praticamente impossível.

O único cimento manipulado com quantidades variando de 50 mg foi o "C", correspondente ao quadro III. A quantidade mínima de pó foi 1.100 mg e a máxima, 1.300 mg. Acima dessa quantidade, tornou-se impraticável a manipulação.

Correspondendo a cada quadro, desenhou-se um gráfi

fico das variações dos valores de pH. Assim, os gráficos - dos cimentos "A", "B", "C" e "F" representam os quadros I, II, III e IV. As curvas mostram os pH obtidos para as várias quantidades de pó aglutinadas, conforme a legenda. A quantidade de líquido, como já foi dito, era fixa: 0,4 ml. Os valores de pH nas ordenadas variam de 2,0 a 7,0, visto nenhum cimento haver ultrapassado êsses limites.

Os tempos marcados nas abscissas, para efeito de construção dos gráficos, foram contados inicialmente em minutos: 0, 15, 30, 60, 120 e 180 e, após uma interrupção, - marcados em horas: 6, 12, 24 e 48.

ooo0ooo

Q U A D R O    I

C I M E N T O    "A"

QUANTIDADES DE PÓ (mg)	TEMPO EM MINUTOS						TEMPO EM HORAS			
	0	15	30	60	120	180	6	12	24	48
1.300	2,70	4,40	5,30	5,50	5,75	6,00	6,10	5,80	5,40	6,15
** 1.400	2,75	4,55	5,25	5,50	5,25	6,00	6,10	5,80	5,45	6,00
1.500	2,80	4,75	5,35	5,50	5,70	5,65	6,05	6,00	5,30	5,95
1.600	2,85	4,90	5,35	5,40	5,50	5,85	5,95	6,00	5,35	5,90
* 1.700	3,00	4,75	5,25	5,20	5,80	5,90	5,95	6,00	5,50	5,85

\* Teste de consistência    \*\* Prop. preoonizada pelo fabricante.

Q U A D R O   I I

C I M E N T O   "B"

QUANTIDADES DE PÓ (mg)	TEMPO EM MINUTOS						TEMPO EM HORAS			
	0	15	30	60	120	180	6	12	24	48
1.300	2,75	3,80	4,05	4,65	5,65	5,40	5,80	5,75	5,20	5,95
1.400	2,85	4,00	4,20	4,45	4,90	5,30	5,65	5,45	5,45	5,80
1.500	2,85	4,15	4,40	4,75	4,80	5,10	5,60	5,05	5,60	5,80
* 1.600	2,90	4,35	4,50	4,70	4,60	5,05	5,55	5,25	5,45	5,70
1.700	-	-	-	-	-	-	5,60	5,45	5,05	-

\* Teste de consistência

Q U A D R O   I I I

C I M E N T O   "C"

QUANTIDADES DE PÓ (mg)	TEMPO EM MINUTOS						TEMPO EM HORAS			
	0	15	30	60	120	180	6	12	24	48
1.100	3,15	4,00	4,30	4,45	4,10	4,40	4,80	4,70	4,70	4,85
1.150	3,10	4,00	4,30	4,45	4,10	4,50	4,85	4,60	4,70	4,75
1.200	3,15	3,95	4,10	4,10	4,40	4,20	4,75	4,40	4,90	4,90
* 1.250	3,35	4,00	4,00	4,45	4,65	4,50	4,75	4,40	4,85	4,85
1.300	3,60	4,00	4,30	4,40	4,70	4,75	5,05	4,60	4,90	4,75

\* Teste de consistência

Q U A D R O I V

C I M E N T O "F"

QUANTIDADES DE PÓ (mg)	TEMPO EM MINUTOS						TEMPO EM HORAS			
	0	15	30	60	120	180	6	12	24	48
1.300	3,10	4,20	4,45	4,70	5,10	5,05	5,75	5,25	5,85	5,40
1.400	3,15	4,05	4,45	4,85	5,05	5,05	5,65	5,25	6,00	5,45
** 1.500	3,35	4,45	4,55	4,80	5,25	5,20	5,70	5,10	6,05	5,55
* 1.600	3,45	4,50	4,60	5,10	5,30	5,55	5,50	5,15	5,90	6,05
1.700	3,65	4,50	4,80	5,00	5,70	5,55	5,45	5,25	6,00	5,95

\* Teste de consistência

\*\* Prop. preconizada pelo fabricante

## 6.2 - INTERPRETAÇÃO DOS GRÁFICOS

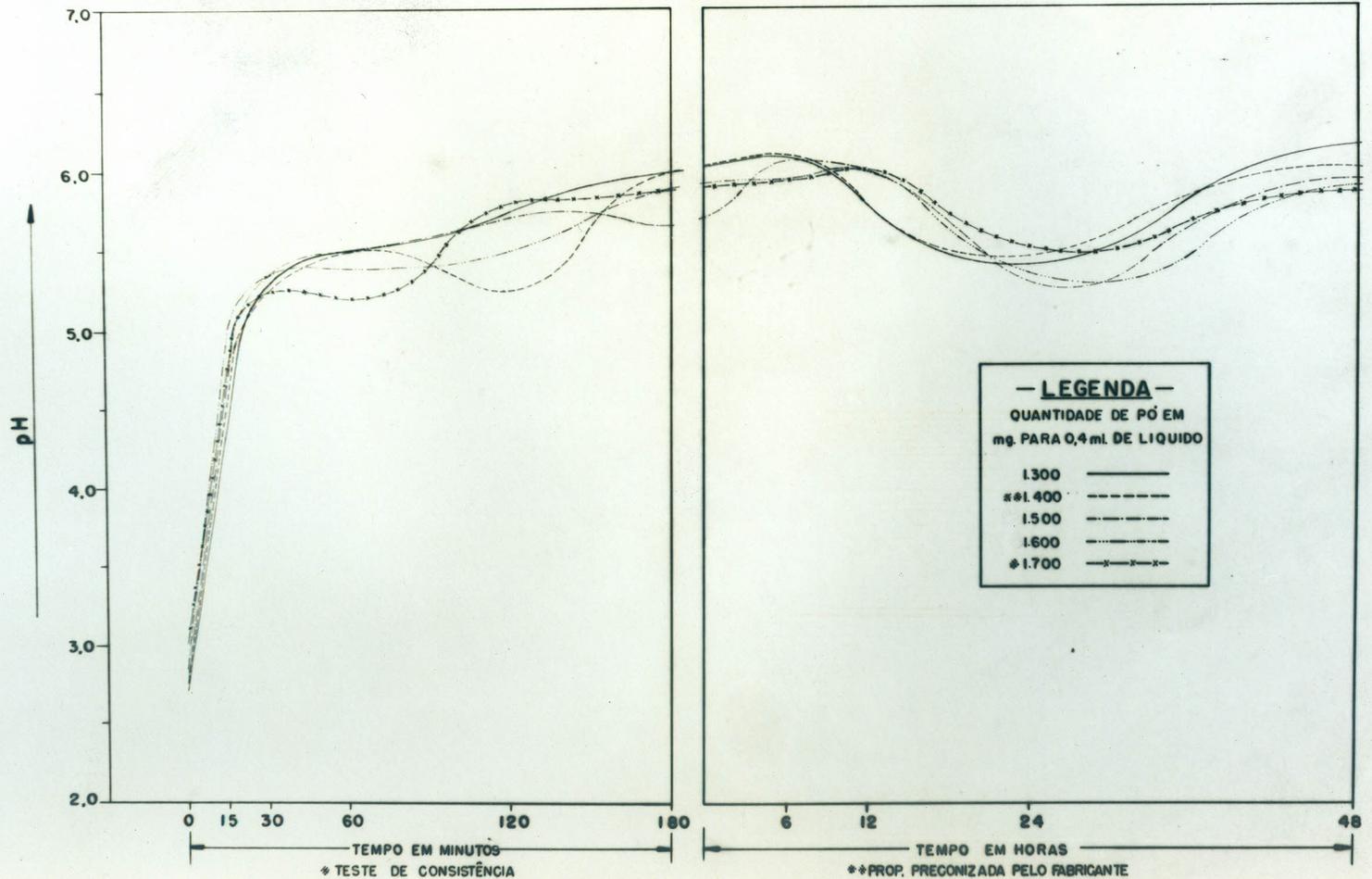
### 6.2.1 - CIMENTO "A"

Realizados os ensaios e confeccionados o quadro e o gráfico correspondentes, observa-se, em relação a este cimento:

- 1) Em geral, quanto maior é a proporção de pó, menor é a acidez inicial;
- 2) Ao fim de 48 horas verifica-se o inverso, isto é, a mistura com maior quantidade de pó sempre se revela sensivelmente mais ácida;
- 3) A curva, formada pela proporção do teste de consistência (1.700 mg), inicia-se com  $\text{pH} = 3,00$  (três). Essa é a menor acidez de tôdas as proporções, alcançando, porém, o valor máximo em 12 horas ( $\text{pH} = 6,00$ ), para decrescer nas 48 horas ( $\text{pH} = 5,85$ ).
- 4) Na proporção preconizada pelo fabricante, verifica-se inicialmente um  $\text{pH} = 2,75$ , valor que alcança o seu máximo em 6 horas ( $\text{pH} = 6,10$ ), para decrescer sensivelmente em 48 horas ( $\text{pH} = 6,00$ ).
- 5) Nota-se, ainda, que a proporção 1.300 mg foi a que alcançou o máximo valor  $\text{pH}$  (6,15) após 48 horas. Em compensação, iniciou-se com a maior acidez de tôdas ( $\text{pH} = 2,70$ ).
- 6) Considerando-se a acidez inicial e não se observando os valores médios e finais de  $\text{pH}$ , verifica-se que a melhor proporção pó/líquido coincide com a do teste de

# CIMENTO "A"

VALORES DE pH EM FUNÇÃO DA QUANTIDADE DE PÓ



consistência (1.700 mg).

7) A mais baixa das proporções (1.300 mg) e a preconizada pelo fabricante (1.400 mg), após o período de 48 horas, apresentam-se menos ácidas que as demais. Iniciam, porém, a curva com maior acidez.

8) É preciso notar, também, que, quanto maior - fôr a proporção de pó, mais rápida é a marcha, durante os primeiros 15 minutos, para uma menor acidez. Todavia, essa proporção não alcança um valor máximo de acidez entre 6 e 12 horas, como acontece com as proporções mais baixas.

9) Outra verificação interessante: existe uma proximidade de valor máximo, em tôdas as proporções, entre 6 e 12 horas; em seguida tôdas decrescem, chegando, mesmo, nas 24 horas, a aproximar-se dos valores encontrados em 30 e 60 minutos, ou a com êles coincidir. Em geral, êsses valores tornam a subir, em 48 horas, voltando ao nível encontrado em 6 ou 12 horas.

#### 6.2.2 - CIMENTO "B"

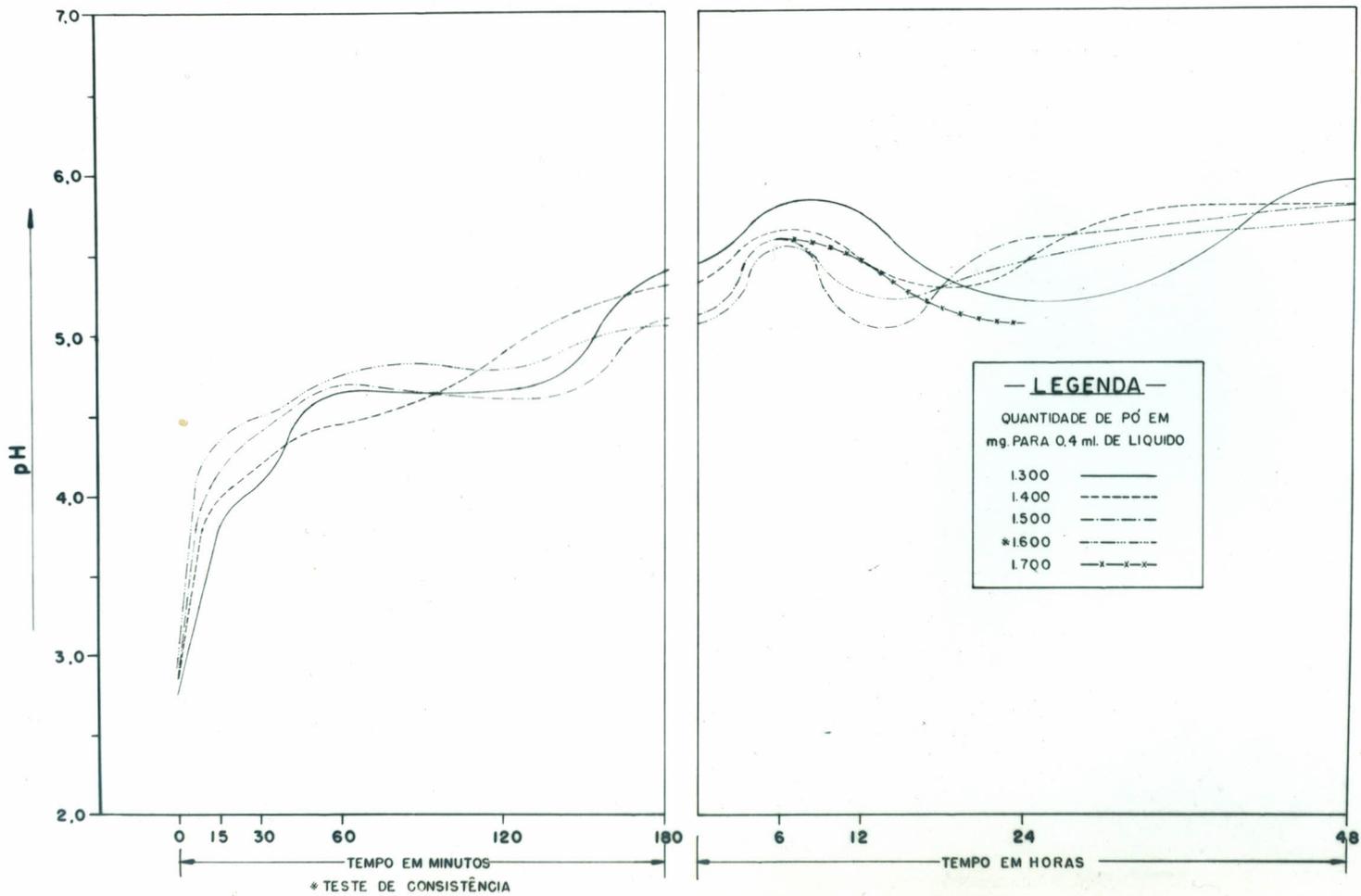
As considerações iniciais em torno do cimento - "A" aplicam-se também a êste: quanto maior a proporção de pó, menor é a acidez inicial; ao fim de 48 horas as proporções mais altas mostram-se sensivelmente mais ácidas - que as menores.

Verifica-se ainda:

1) A curva do teste de consistência (proporção - de 1.600 mg) inicia-se com  $\text{pH} = 2,90$ , o maior encontrado -

# CIMENTO 'B'

VALORES DE pH EM FUNÇÃO DA QUANTIDADE DE PÓ



a 0 minuto. Essa curva, porém, desde 120 minutos da aglutinação até 48 horas, passa a apresentar valores de pH sempre inferiores às curvas das demais proporções.

2) O valor máximo encontrado para este cimento - (pH = 5,95) foi o da proporção 1.300 mg em 48 horas. Observa-se que esta curva de 1.300 mg se inicia com pH inferior ao das demais. Essa situação se mantém até 120 minutos, quando a trajetória de valores de pH descreve uma ascensão para novamente decrescer depois das 24 horas. Daí por diante essa curva (1.300 mg) apresenta pH superior ao das demais.

3) Considerando-se a acidez inicial e a ascensão mais abrupta dos valores de pH, vê-se que a proporção do teste de consistência (1.600 mg) é a mais recomendável para o uso clínico.

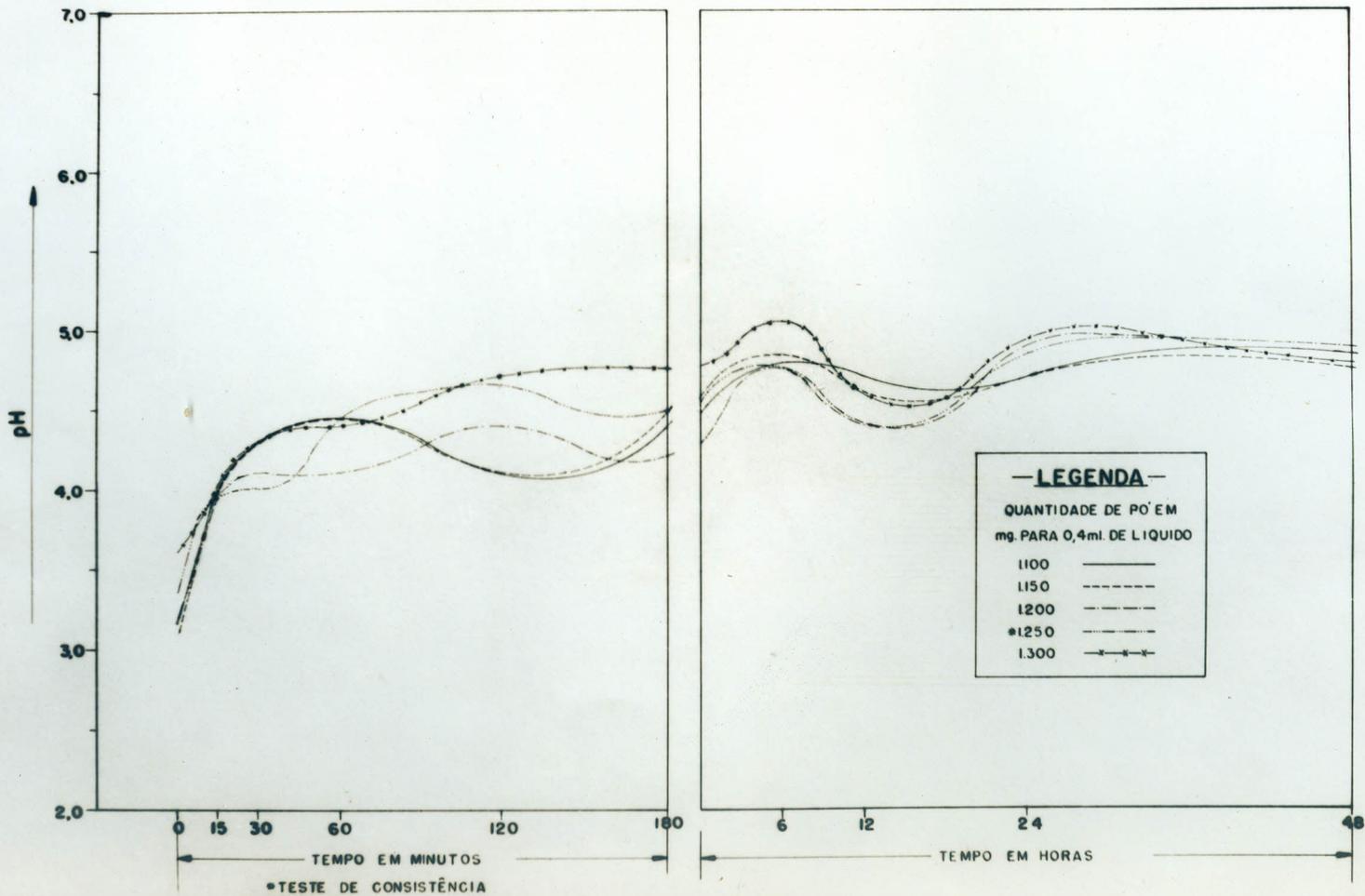
4) Não se nota no gráfico deste cimento uma inflexão marcante nas curvas, em virtude das irregularidades por elas apresentadas nos tempos de 12 e 24 horas. Observa-se ligeira inflexão geral nos tempos de 120 minutos e 12 horas.

### 6.2.3 - CIMENTO "C"

Nos ensaios com este cimento, as quantidades de pó para a constante de líquido foram menores. Em outras palavras: as variações oscilaram entre 1.100 e 1.300 mg, por se haverem incluído frações de 50 mg, como ficou dito à pag. 32. Acontece, também, que o fabricante não indicava a

# CIMENTO "C"

## VALORES DE pH EM FUNÇÃO DA QUANTIDADE DE PÓ



proporção pó/líquido ideal para o trabalho.

É conveniente notar:

1) Como nos casos "A" e "B", as proporções mais elevadas de pó apresentam, no início das curvas, valores - mais altos de pH. Todavia, ao fim de 48 horas, o pH mais - elevado (4,90) foi o da proporção intermediária, isto é, 1.200 mg de pó.

2) A proporção 1.300 mg iniciou sua curva com - pH = 3,60 e terminou, após 48 horas, com pH = 4,75. A proporção 1.150 mg, embora iniciasse sua curva com pH menor - (3,10), terminou, em 48 horas, com o mesmo pH = 4,75 revelado pela proporção anterior (1.300 mg).

3) A curva do teste de consistência (1.250 mg) - iniciou-se com pH = 3,35, o que a coloca em segundo lugar na ordem decrescente; seu valor máximo (pH = 4,85) foi alcançando em 24 e 48 horas.

4) Foi com a aglutinação de 1.300 mg, e no tempo de 6 horas, que se encontrou o valor máximo, pH = 5,05.

5) Observando-se com atenção as variações de valores pH das curvas das cinco proporções, torna-se claro - que a mais regular e mais recomendável é a coincidente com o teste de consistência: 1.250 mg de pó.

6) Nos tempos de 120 minutos e 12 horas, nota-se uma pequena inflexão das curvas. Após êsses tempos, permanecem elas relativamente constantes.

7) É, também, digno de nota o fato de a diferença entre os valores máximo e mínimo de pH não atingir 2,0 (duas unidades). O valor mínimo foi 3,10 (1.150 mg em 0 mi

nuto), e o máximo, pH = 5,05 (1.300 mg em 6 horas).

#### 6.2.4 - CIMENTO "F"

Como se deu com os anteriores, "A", "B" e "C", pode-se dizer deste cimento que quanto mais elevada é a proporção de pó para a constante de líquido, mais alto é o valor de pH logo após a aglutinação. Entretanto, ao fim de 48 horas, verifica-se justamente o inverso do que revelavam os anteriores, isto é, os maiores valores de pH estão nas proporções mais altas de pó.

Outros detalhes:

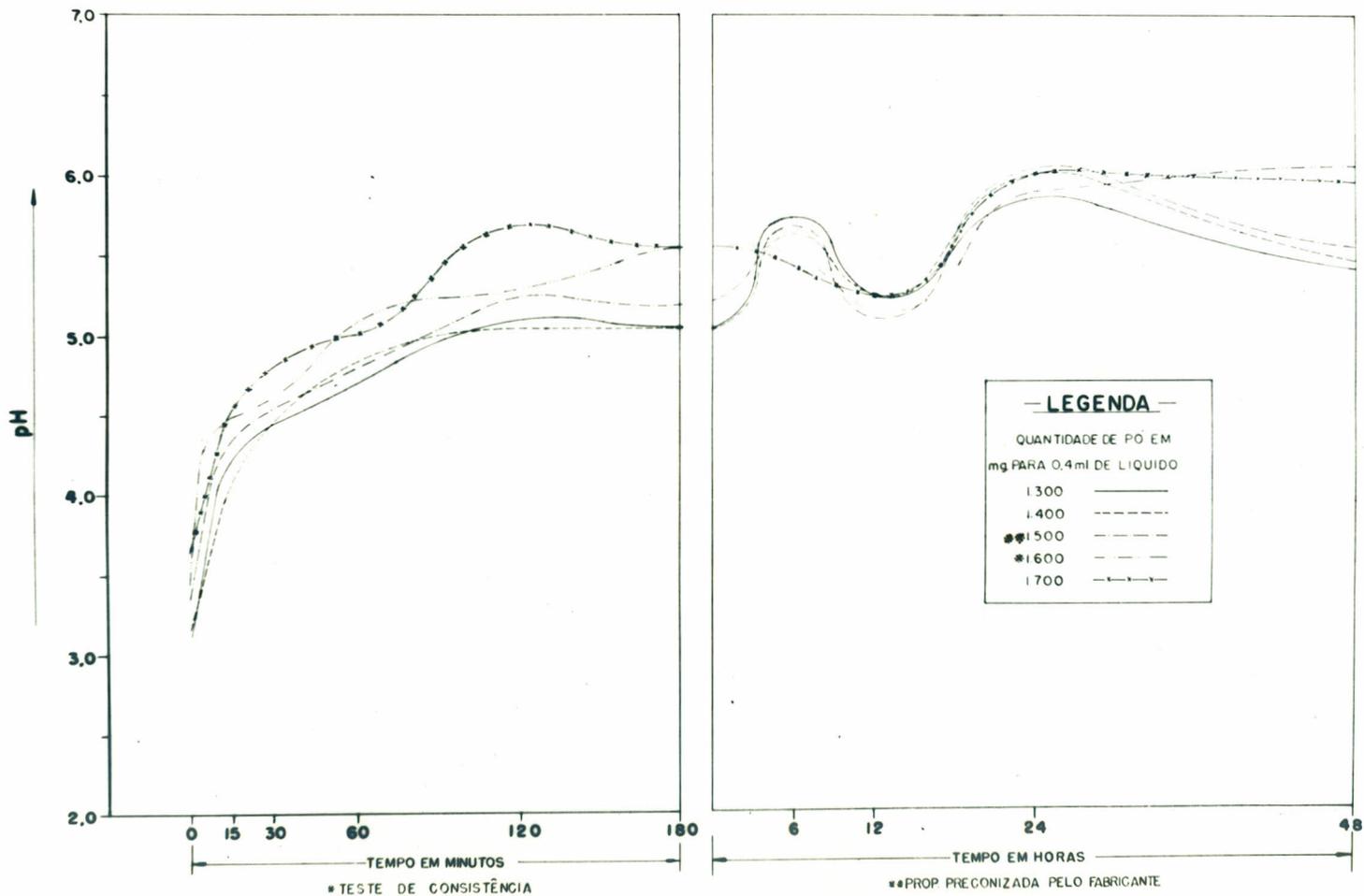
1) Vê-se pelo gráfico que a proporção do teste de consistência (1.600 mg) se mostrou melhor que a recomendada pelo fabricante (1.500 mg). O início da curva de 1.600 mg marcou um pH = 3,45, ligeiramente mais alto que o pH = 3,35, da curva de 1.500 mg, indicada pelo fabricante. Aos 60 minutos, a curva de 1.600 mg teve pH = 5,10 e a do fabricante pH = 4,80. Acresce que toda a trajetória de 1.600 mg tem valores mais altos de pH que a de 1.500 mg, só se lhe apresentando inferior nos tempos de 6 e 24 horas. O pH final da curva do teste de consistência marca pH = 6,05, ao passo que o da curva da proporção do fabricante é de 5,55.

2) O máximo valor de pH (6,05) para este cimento foi encontrado na proporção de 1.500 mg em 24 horas e na proporção 1.600 mg em 48 horas.

3) A ascensão mais rápida verifica-se nas curvas

# CIMENTO "F"

VALORES DE pH EM FUNÇÃO DA QUANTIDADE DE PÓ



das proporções de 1.600 mg e de 1.700 mg, que aos 30 minutos, chegaram a  $\text{pH} = 4,60$  e  $\text{pH} = 4,80$  respectivamente.

4) Torna-se evidente que, para êste cimento "F", a proporção ideal é a do teste de consistência.

5) Embora nem tôdas as curvas de variações dos valores de  $\text{pH}$  se apresentem regulares (principalmente em 120 e 180 minutos e 48 horas), nota-se uma inflexão geral ao alcançar as 12 horas. Aí os valores de  $\text{pH}$  decrescem, para recrescerem nos tempos subsequentes.

oooOooo

### 6.3 - DISCUSSÃO

A primeira observação, diante dos quadros e gráficos, é que as quantidades de cimento "C", nos ensaios, foram inferiores às dos cimentos "A", "B" e "F". A quantidade máxima de "C" (1.300 mg) equivale à mínima dos outros três.

Em todos os quadros e gráficos encontra-se a proporção de pó para 0,4 ml de líquido encontrada no teste de consistência, preconizado pela Norma nº 9 da American Dental Association. Observa-se que nos cimentos "B" e "F" essa proporção foi idêntica (1.600 mg). No cimento "A" encontra-se a proporção máxima determinada por êsse teste (1.700 mg) e no cimento "C", a mínima (1.250 mg).

O "modus faciendi", isto é, a proporção aconselhada pelo fabricante para a obtenção de uma consistência ideal, é um detalhe importante. Todavia, os cimentos "B" e "C" não traziam recomendações de quantidade para a mistura.

Comparando-se as quantidades de pó recomendadas pelos fabricantes com as encontradas no teste de consistência, nota-se que as primeiras são sempre menores que as segundas.

Confrontando-se, nos cimentos "A" e "F", as curvas dos valores de pH das proporções indicadas pelos fabricantes verifica-se que, de um modo geral, a curva do cimento "A" somente no início e em 24 horas se apresenta com pH inferior à do cimento "F".

Quando se comparam os valores de pH das propor--

ções mínimas de pó com os das proporções dos testes de consistência, encontra-se a maior acidez, a princípio nas proporções mínimas. Ao fim de 48 horas a situação se inverte, pois passam a ter pH mais elevado que o das proporções estabelecidas pelo teste de consistência. Com o cimento "F" a situação se apresenta inversa.

Em todos os cimentos, a uma maior quantidade de pó para a constante de líquido, corresponde uma menor acidez no início das curvas de variações dos valores de pH.

Esse resultado se justifica com um raciocínio simples. Os pós apresentam um pH próximo a 7,0 (sete), ao passo que os líquidos, à base de ácido fosfórico, não alcançam pH = 2,0 (dois). Sabe-se, ainda, que o cimento preparado constitui-se de um gel, ou matriz, englobando partículas não dissolvidas pelo líquido. Constatou-se que a parte solúvel é justamente o gel (67) e que, quanto menor for a quantidade de gel, menos solúvel será o cimento.

Assim, do ponto de vista deste trabalho, parece que a parte solúvel do cimento em água, em sua maioria, é constituída pelo gel formador da matriz. Esta contribuirá para um pH ácido, por possuir ácido de formação. Se a quantidade de pó diminuir, aumentará a proporção do gel e, por consequência, a acidez. O inverso também se explica perfeitamente, visto que a presença de mais pó significa menor proporção de gel em relação à massa total.

Generalizando, poder-se-ia afirmar que todo o cimento com maior volume de pó não dissolvido será menos ácido, devido à menor porção de gel.

Verifica-se, também, neste trabalho, que a acidez inicial, apresentada pelas diversas quantidades, é mais acentuada no cimento "A", seguindo-se-lhe o "B", o "C" e o "F".

A única proporção de pó que permite comparações entre todos os cimentos é a de 1.300 mg. Após a aglutinação é ainda o "A" que apresenta maior acidez. A menor cabe ao "C", ficando "B" e "F" como intermediários.

Nessa mesma proporção de 1.300 mg, aos 30 minutos, a ordem ascendente do pH é: "B", "C", "F" e "A".

O espaço de 30 minutos foi incluído nestas observações por se considerar que, dentro dêle, é mais notória a ação da acidez de um cimento sôbre a polpa.

Considerando-se a importância que rodeia êsse lapso de tempo, vê-se que o cimento "A" deve ser o menos prejudicial à vitalidade pulpar, visto sua acidez reduzir-se rapidamente.

A partir de 30 minutos até 48 horas, todos os cimentos — com as variações particulares já registradas nos gráficos — tendem a tornar-se menos ácidos.

De um modo geral, em tôdas as proporções ensaiadas, o cimento que se apresentou menos ácido, ao final de 48 horas, foi o "A".

Êsse resultado é acompanhado pela ordem "F", "B" e "C".

Em relação à proporção de pó coincidente com o teste de consistência, o cimento "F" apresentou-se como o menos ácido ao final dos ensaios.

Antes de quaisquer considerações finais, convém notar que o cimento "F" iniciou suas curvas de variações de pH com valores, em média, mais altos que os demais. Esta observação cresce de interesse, ao levar-se em conta - que o líquido dêsse cimento tem valor inferior, (pH = 1,30) sendo por consequência mais ácido que os dos demais cimentos. É bom notar, ainda, que êsse líquido, em diluição de 0,4 ml para 25 ml de água desmineralizada, apresentou um pH = 2,20, o mais baixo de todos. Por outro lado, 1,0 grama de pó dêsse cimento, em suspensão em 25 ml de água desmineralizada, apresentou o pH = 6,50, igual ao do cimento "C" e ligeiramente mais elevado que o dos dois outros: "A" e "B".

Segundo as instruções do fabricante, impressas na embalagem do cimento "F", o pH deveria alcançar 4,10, - trinta segundos após a manipulação. Êsse tempo corresponde, neste trabalho, ao inicial, em que foi encontrado pH=3,35. Diz, mais, o fabricante que em 24 horas o valor de pH para a proporção recomendada seria 5,95, valor abaixo do encontrado neste estudo: pH = 6,05.

Mais como uma grata homenagem a outros pesquisadores do que como uma comparação absoluta de resultados - já que todos trabalharam em época diversa e com lotes diferentes de material - não é possível fugir a uma reflexão em tórno dos dados que não se revelaram coincidentes. Neste estudo, o valor de pH dos líquidos dos cimentos de silicato variou de 1,30 a 1,60, e que não concorda com o encontrado nos trabalhos de CROWELL (8), onde houve varia

ção de 1,9 a 2,3; ou nos de CORRÊA (6), com extremos de 0,8 a 1,4; ou ainda nos de PASSOS (48), com valor de 1,90.

Para os valores do  $p\acute{o}$ , encontrou-se neste estudo uma variação de 6,30 a 6,50, ao passo que CROWELL (8) encontrou valores de 7,5 a 7,6 e PASSOS (48) um valor de 9,50.

HARVEY et alii (26) afirmam que o pH inicial da massa é de 1,6, portanto de acidez bastante alta. Tal resultado não foi encontrado nesta pesquisa, pois, como já se observou, o menor valor de pH inicial — de todos os cimentos e em tôdas as proporções — foi de 2,70.

Os resultados dêste estudo não coincidem, também com o que afirmam alguns autores (5, 8, 14, 68, 69), — isto é, que ao cabo de 24 horas se obtenha a neutralidade ou quase se chegue a ela. Como neutralidade considerar-se-ia  $pH = 7,0$ .

Em 24 horas, encontraram-se os seguintes valores de pH, para todos os cimentos ensaiados: 5,30 a 5,50 para o cimento "A"; 5,05 a 5,60 para o "B"; 4,70 a 4,90 para o "C"; 5,85 a 6,05 para o "F". Estaria confirmada a afirmação dos autores acima enumerados, se a quase neutralidade se situasse entre 5,50 e 6,00. CORRÊA (6) embora não especifique o tempo, afirma que, durante a prêsa, o pH dêsses cimentos vai de 5,2 a 5,8 e ressalta: "o que representa — ainda uma grande acidêz".

São palavras de EBERLY (14): "à medida que a reação prossegue, o pH aumenta, de modo a situar-se, no final, nas proximidades de 7,0 (sete)". Também não especifica o —

tempo.

PASSOS (48) diz: "só após 24 horas de manipulado o cimento de silicato se aproxima da neutralidade: (pH = 6,9)".

PAFFENBARGER (44) afirma que "no final de 24 horas o pH do cimento de silicato aproxima-se do pH da água destilada na qual era imerso".

Cabe aqui um comentário. Os cimentos de silicato destinam-se a restaurar cavidades da Classe III, por exigências da estética. Pelos dados obtidos, cumpre repetir o que outros já disseram, isto é, que se impõe a obrigatoriedade de forramento dessas cavidades, isolando a dentina do silicato.

A agressão à polpa pode verificar-se desde o momento inicial da inserção até 48 horas, ou talvez por tempo maior. Os gráficos destas pesquisas — parecendo nisso contrariar outros depoimentos — indicam claramente uma oscilação séria na curva do pH, no espaço de 24 horas. Isso se torna ainda mais evidente se se levar em consideração que a queda do pH, entre 12 e 24 horas, se dá com todos os cimentos, sejam quais forem as proporções do pó para o líquido.

Isso, porém, não é tudo. Em dois cimentos êsse fenômeno se adianta, ocorrendo entre 6 e 12 horas.

Vê-se, pois, que o mais importante a notar é a ocorrência da inflexão na curva, denunciando um pH que pode ser instável durante as 48 horas. Como consequência natural, surge a necessidade de se prolongarem as verifica--

ções, atingindo espaços mais longos de tempo, antes de expressar uma conclusão suscetível de ser precipitada.

Mais uma sugestão deve aqui ficar para um trabalho posterior: o estudo da causa, ou das causas determinantes dessa queda do valor de pH, depois de já haver, na maioria dos casos, alcançado a cifra de  $\text{pH} = 6,00$ , ou mesmo ligeiramente mais alta.

Não há nesta lembrança uma mera curiosidade acadêmica. A tendência de colocar êste aspecto em relêvo se deve ao fato de não ter sido êle citado ou cogitado por outros autores.

Ao fim dêste trabalho, é natural a opinião de que existe, para cada cimento, uma proporção ideal de pó para líquido. Do ponto de vista prático, a mais indicada seria a sugerida pelo fabricante, pois na mistura influencia mais um fator importantíssimo, que é a temperatura ambiente. Uma maior quantidade de pó necessitaria de uma temperatura ambiente baixa, independentemente da temperatura da laje.

Todavia, quando essa proporção mais recomendável não vem nas bulas dos fabricantes, só resta orientar-se pelas conclusões dos pesquisadores do assunto.

Outra opinião, também natural, é a de que um décimo de unidade de pH, a mais ou a menos, terá pouca influência na irritabilidade. Ao que tudo parece indicar, são muito importantes o pH inicial da massa e o seu aumento rápido, no mais curto prazo, no máximo entre 15 e 60 minutos. Daí as palavras de SKINNER & PHILLIPS (65): "É provável que

qualquer injúria que possa ocorrer à polpa, deve verificar se nas primeiras horas após a inserção do cimento".

Demonstrando êste ensaio que, por ação da acidez dos cimentos, a polpa pode ser atingida até mesmo durante 48 horas, é evidente que se deve insistir no imperativo do forramento da cavidade, seja qual fôr a porção de pó aconselhada para uma determinada quantidade de líquido.

oooOooo

## 7 - CONCLUSÕES

Dos resultados obtidos no presente estudo é lícito concluir:

1) A determinação dos valores de pH demonstrou - que, no período de 48 horas, nenhum dos cimentos estudados atingiu a neutralidade.

2) Nos primeiros 30 minutos, apenas um dos cimentos alcançou o pH = 5,30, que foi o máximo encontrado.

3) Dois dos cimentos traziam a prescrição dos fabricantes quanto à proporção de pó. Todavia, não foi possível relacionar os valores de pH apresentados por essas proporções com os valores encontrados na proporção do teste - de consistência.

4) Pelo método de determinação adotado, encontraram-se, para os líquidos, valores de pH oscilando entre - 1,30 a 1,60; para os pós em suspensão em água desmineralizada, os valores variaram entre pH = 6,30 e pH = 6,50; para os líquidos, diluídos, também em água desmineralizada, os valores foram de pH = 2,20 a pH = 2,60. Para todos os - cimentos, sempre que se utilizaram maiores quantidades de pó para a constante de líquido, a massa inicial se revelava menos ácida.

oooOooo

## 8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - AMES, W.V.B. - Discussion about the article of Dr. J. C.Hinkins.- Dent.Cosmos, 43 ( ): 899-900, 1 901, apud DELGADO, V.P., op. cit. ref. 11.
- 2 - ASBELL, M.B. - Practice of dentistry among the ancient Hebrews: a contribution to the history of dentistry. - J.Amer.dent.Ass. 28 (7): 1098-1107, Jul., 1 941.
- 3 - BRAUER, Frank, J. - Mechanical manipulation of silicate cements. - J.Amer.dent.Ass., 51 (6): 713-717, Dec., 1 955.
- 4 - BRAUER, F.J. et alii - Investigations to reduce the solubility of silicate cements. J.dent.Res., 37 (1): 89-90, Feb., 1 958.
- 5 - BROWN, L.P. - Appellations of the dental practitioner. Dent.Cosmos, 78 (3): 246-258, Mar., 1 936.
- 6 - CORRÊA, A.A. - A chamada toxicidade dos cimentos de silicato. - Rev.Ass.paul.Cirurg.Dent., 6 (4):25-27, mar/abr., - 1 953.
- 7 - CORRÊA, A.A. - Contribuição ao estudo da solubilidade das restaurações a cimento de silicato. São Paulo, 1 955 (Tese - Faculdade de Farmácia e Odontologia).
- 8 - CROWELL, Walter, S. - Physical chemistry for dental - dements. - J.Amer.dent.Ass., 14 (6): 1030-1048, Jun., 1 927.
- 9 - DAVIS, W.C. - Manipulation of silicate in the making of a filling. - J.nat.dent.Ass., 4 (7): 723-729, Jul., 1 917.

- 10 - DEGNI, Francisco - (comunicação pessoal).
- 11 - DELGADO, V.P. - Técnica da manipulação do cimento de silicato. - Rev.bras.Odont., 18 (105), 88-100, - maio/jun., 1 960.
- 12 - DELGADO, V.P. - Seleção do material restaurador: acrílico ou cimento de silicato? - Rev.Ass.paul. Ci-rurg.Dent., 13 (4): 3-19, jul/ago. 1 957.
- 13 - DOUBLEDAY, F.N. - Brit.dent.J., 47 ( ): 493-497, May 1 926, apud TINGLEY, H.E., op.cit.ref. 72.
- 14 - EBERLY Jr., J.A. - Developement of a silicate cement tending to eliminate pulp irritation. - Dent.Cosmos, 76 (4): 419-424, Apr., 1 934.
- 15 - FAGGART, Harold, L. - Suggestions for better silicate fillings. - J.Amer.dent.Ass., 32 (21):1436-1439, Nov./Dec., 1 945.
- 16 - FAGGART, H.L. - Considerations of some chemical and physical properties of silicate cements for better understanding of the material. D.Itens of Interest, 73 ( ): 677-681, 1 953, apud DELGADO, V.P. op.cit.ref. 11.
- 17 - FASOLI, G. - Silikatzeemente und pulpaveränderungen. - Ztschr.f.Stomatol, 22 ( ): 225, Apr. 1 924, apud ZANDER, H.A. op.cit.ref. 75.
- 18 - FRAJNDLICH, Manoel - Cimento de silicato. Rev.gaúcha Odont., 9 (1): 22-26, jan/fev/mar., 1 961.
- 19 - GAILLARD et NOUGUÊ - Dentisterie Operatorie 2eme. Ed. Paris, Lib. J.B. Bailliere et Fils. 1 930, apud DELGADO, V.P. op. cit. ref. 11.
- 20 - GARRETT, Willian, A. - Silicate cements. - J.Amer. dent.Ass., 29 (7): 960-964, Jun. 1 942.

- 21 - GOMES, G.S. - Cimentos de silicato - Rev.Ass.paul.Ci-rurg.Dent., 4 (2): 11-17, nov/dez., 1 950.
- 22 - GRUNEWALD, A.H. et alii - Silicate cement: method of mixing in a closed container to present effects of exposure to atmosphere. J.Amer.dent.Ass., 46 (2): 184-187, Feb., 1 953.
- 23 - GURLEY, W.B. & VAN HUYSEN, G. - Histologic changes in teeth due to plastic filling materials. J.Amer.-dent.Ass., 24 (11): 1806-1816, Nov., 1 937.
- 24 - ..... - Betz handbook of industrial water conditioning. Philadelphia 24, Pennsylvania, 1 945 - U.S. A., chapter 34, p. 140.
- 25 - ..... - Standard methods for the examination of wa-ter and sewage - Ninth edition, New York - 1 946, p.28-29.
- 26 - HARVEY, W. et alii - The acidity of dental cements. - Brit.dent.J., 77 ( ): 61-69, Aug., 1 944 - apud SKINNER, E.W. & PHILLIPS, R.W. op.cit.ref. 68.
- 27 - HUFF, M.D. - Silicate cements - their use and their - abuse. - J.Amer.dent.Ass., 22 (6): 939-943, Jun. 1 935.
- 28 - LERMAN, S. - História de la odontologia y su egercicio legal. Ed. El Ateneo - Buenos Aires - XV: 288, - 1 942, apud FRAJNDLICH, M. op.cit.ref.18.
- 29 - LEWIS, D.N. - A conservative use of silicate cements. J.Amer.dent.Ass., 15 (9): 1657-1665, Sept.1 928.
- 30 - LÓSSIO, Milton G. - Comportamento dos amálgamas face às variações do pH da saliva. Imprensa Universi-tária do Ceará - 1 957.

- 31 - LOWRY, H.S. - A some what novel, bur most effectual - method of filling teeth. - Dent.Cosmos, 40 ( ): 413-415, 1 898, apud DELGADO V.P.op.cit.ref.11.
- 32 - MANLEY, E.B. - Preliminary investigation into the - reaction of the pulp to various filling materials. Brit.dent.J., 60 ( ): 321, Apr. 1 936, apud ZAN DER, H.A. op. cit. ref. 75.
- 33 - MANLEY, E.B. - Investigations into the early effects of various filling materials on the human pulp.- D.Record, 62 ( ): 1, Jan., 1 942, apud ZANDER, H.A. op.cit.ref. 75.
- 34 - MANLY, R.S. et alii - The effect of composition of li quid and powder on the physical properties of si licate cements. - J.dent.Res. 30 (1): 145-156, - Feb., 1 951.
- 35 - MARTIN, J.J. & SCHATZ, A. - Sôbre um cimento singular feito pelos índios americanos, há 1 500 anos - atrás. - Sel.Odont., 16 (93): 18-21, jan./fev./- mar., 1 962.
- 36 - MATTEWS, E. - Silicate cements in Proc.Roy.Soc.Med., J.Amer.dent.Ass., 22 (7): 1262, jul., 1 935.
- 37 - MC CONNERLL, D. & BRAWLEY Jr., R.G. - Compressive - strenght of "Reiforced" silicate cement. J.prosth. Dent., 10 (6): 1092-1093 - Nov./Dec., 1 960.
- 38 - MC LEAN, J.W. - Anterior filling materials in Europe. Dent.Progr., 2 (3): 181-189, Apr. 1 962.
- 39 - MITCHELL, D.F. - The irritational qualities of dental materials. - J.Amer.dent.Ass., 59 (5): 954-966, - Nov., 1 959.
- 40 - ..... - The Merck Index of Chemicals and Drugs. - Sixth Edition - Merck & Co. - Inc.Rahway, N.J. - U.S.A. - 1 952, p. 774.

- 41 - PAFFENBARGER, G.C. - Silicate cement - An investigation by a group of practicing dentists under the direction of the American Dental Association - Research Fellowship at the National Bureau of Standards. - J.Amer.dent.Ass., 27 (10): 1611-1622, - Oct. 1 940.
- 42 - PAFFENBARGER, G.C. & STANFORD, J.W. - Zinc phosphate and silicate cements. - Dent.Clinic N.Amer., W. B. Saunders Co., Philadelphia, Nov., 1 958 - p. 569.
- 43 - PAFFENBARGER, G.C. et alii - American Dental Association - Specification nº 9 for dental silicate cement - First revision effective July 1 950 - J.Amer.dent.Ass., 40 (2): 186-193, Feb., 1 950.
- 44 - PAFFENBARGER, G.C. et alii - Dental silicate cements: Physical and chemical properties and a Specification. - J.Amer.dent.Ass., 25 (1): 32-87, Jan. - 1 938.
- 45 - PALLAZZI, S. - Einige konklusionen ausmeinen drei jah ringen. Experimenten uber die veränderungen der zahnpulpanach fulungenmit silikatzemente. - Ztschr. f. Stomatol, 22 ( ): 238 - April, 1 924, apud ZANDER, H.A. op. cit. ref. 75.
- 46 - PARULA, Nicolás - Clínica de operatória dental - O.D. A. - Editor - 2ª ed. Buenos Aires, 1 960, p. 79-93.
- 47 - PARULA, N. et alii - Operatória dental - Ediar.Soc. - Anon. - Editores - Buenos Aires, 1 956, v. 6, p. 20.
- 48 - PASSOS, George, M. - Princípios biológicos correlacionados com proteção pulpar. Rev.Ass.paul.Cirurg., 17 (4, 5 e 6): 117-121, jul. a dez., 1 963.
- 49 - PEYTON, F.A. et alii - Restorative dental materials - St.Louis, Mosby, 1 960, p. 18.

- 50 - IDEM, IBIDEM, - p. 19.
- 51 - IDEM, IBIDEM, - p. 23.
- 52 - IDEM, IBIDEM, - p. 28.
- 53 - PILKINGTON, E.L. - Esthetics and optical illusions in dentistry - J.Amer.dent.Ass., 23 (4): 641-651, - Apr., 1 936.
- 54 - PINCUS, C. - D.Sc.J.Australia, 4 ( ): 18 - jan. 1, - 1 929 - apud TINGLEY, H.E., op.cit.ref. 72.
- 55 - PRIME, James Marck - The relative merits of our principal filling materials as knowand used today. - J.nat.dent.Ass., 9 ( ): 9-17, Jan., 1 922 -apud CORRÊA, A.A. op.cit. ref. 7.
- 56 - ..... - GUIDE to dental materials - Including American Dental Association Specifications. 5<sup>a</sup> ed. - 1 962/63, p. 50-59.
- 57 - ..... - American Dental Association - Specifications for dental materials - 3<sup>a</sup> ed. 1 958/59, p. 36-41.
- 58 - ..... - American Dental Association - Specifications for dental materials - 4<sup>a</sup> ed. 1 960/61, p.38-43.
- 59 - RAY, K.W. - The behavior of silicous cements. J.Amer.dent.Ass., 21 (2): 237-251, Feb., 1 934.
- 60 - RINEHART, R.J. - Silicate fillings: Their usefulness and indications. - J.Amer.dent.Ass., 18 (7): - 1275-1280, Jul. 1 931.
- 61 - RUBINSTEIN, Joseph, - Silicate cements prepared with mecanical mixers. - J.Amer.dent.Ass., 65 (3): - 310-316, Sept., 1 962.
- 62 - ..... - (Reports of concncils and bureaus) - So called "alpha" and "sigma" types of silicate cements.-J.Amer.dent.Ass., 65 (1): 117-120, Jul., 1 962.

- 63 - SKINNER, E.W. & PHILLIPS, R.W. - A ciência dos materiais odontológicos - 2ª ed. bras. traduzida por Francisco Degni e Dioracy F.Vieira, São Paulo - Atheneu, 1 962, p. 286.
- 64 - IDEM, IBIDEM, - p. 294.
- 65 - IDEM, IBIDEM, - p. 308.
- 66 - IDEM, IBIDEM, - p. 310.
- 67 - IDEM, IBIDEM, - p. 323.
- 68 - IDEM, IBIDEM, - p. 335.
- 69 - SOUDER, W. & PAFFENBARGER, G.C. - Physical properties of dental materials - National Bureau of Standards. - Circ. C. 433 - Washington, 1 942, p. 116-120.
- 70 - SOUDER, W. & SCHOONOVER, I.C. - Probable chemical reactions in silicate cements. - J.dent.Res., 18 (3): 250-251, Jun., 1 939.
- 71 - SWANSON, E.W. - Effect of particle size on the physical properties of silicate cements. J.Amer. dent. Ass., 23 (9): 1620-1631, Sept. 1 936.
- 72 - TINGLEY, H.E. - A code for silicate cements. - J.Amer. dent. Ass., 26 (2): 183-192, Feb. 1 939.
- 73 - VIEIRA, D.F. - Forramento de cavidades previamente à inserção de restaurações dentais. Rev.XXV Jan., - 27 (44): 40-43, jul., 1 962.
- 74 - VOELKER, Charles C. - Dental silicate cements in theory and practice - Dent. Cosmos, 58 ( ): 1098-1111, Oct., 1 916, apud CORRÊA, A.A. op. cit. ref. 7.

- 75 - ZANDER, H.A. - The reaction of dental pulps to silicate cements. - J.Amer.dent.Ass., 33 (19): 1233 - 1243, Oct., 1 946 - correção - J.Amer.dent.Ass., 33 (23): 1612, Dec., 1 946.
- 76 - ZANDER, H.A. et alii - Pulp protection in restorative dentistry - J.Amer.dent.Ass., 41 (5): 563-573, - Nov. 1 950.
- 77 - ZANDER, H.A. & PEJKO, I. - Protection of the pulp - under silicate cements with cavity varnishes and cement lining - J.Amer.dent.Ass., 34 (11): 811-819, Jun., 1 947.
- 78 - ..... - Cimentos de Silicato - "B.Dent.in the monthly review of the Chicago dental Society" - 33, 12, - Jun., 1 957 apud Diórcy F.Vieira. - Rev.Ass.paul. Cirurg. Dent., 11 (5): 368, set/out., 1 957.

oooOooo