

## Determinação do tempo de presa em cimentos a base de hidroxiapatita e galactomanana extraído de sementes de *Adenantha pavonina* L. pelo método da cavidade ressonante comparado com o método da Agulha de Gilmore

Determination of setting time in cements based on hydroxyapatite and galactomannan extracted from *Adenantha pavonina* L. seeds by the resonant cavity method compared to the Gilmore Needle method

Cléber Cândido da Silva<sup>1</sup> 

<sup>1</sup>Universidade Federal do Maranhão. Av. da Universidade, s/n, Dom Afonso Felipe Gregory, 65915-240, Imperatriz, MA, Brasil.

e-mail: cleber.silva@ufma.br

### RESUMO

O tempo de presa dos cimentos dentários são um parâmetro clínico importante, pois estima o tempo disponível para a realização do tratamento pós preparação do cimento, que não pode ser longo ou curto. Atualmente, esse parâmetro pode ser determinado usando as normas ISO 6876/2001 e ADA 57/2000. Essas técnicas utilizam a agulha de Gilmore e realizam apenas uma análise superficial para determinar o tempo de pega, não sendo possível indicar se o cimento secou completamente. O objetivo deste trabalho foi determinar o tempo de pega utilizando o método da cavidade ressonante de cimentos à base de Hidroxiapatita (Hap) e galactomanana (Gal) extraídos de sementes de *Adenantha pavonina* L. Foram preparados dois compostos: HAG (75% HAp e 25% Gal em peso como fase sólida e 0,30 mL de água destilada como fase líquida) e HAGJET (75% Hap, 2% em peso de pó de Gal com 0,10 mL de catalisador comercial JET (metacrilato de metil e dimetil-p-toluidina) e 0,20 mL de água destilada). A fase sólida em cada material foi dissolvido no líquido correspondente para cada composto formado. A inserção dos cimentos HAG e HAGJET gerou uma perturbação no campo elétrico devido à presença de água livre na amostra, onde esta perturbação diminui à medida que o cimento endurece devido à a evaporação dessa água livre. De acordo com os resultados, o cimento HAG teve o maior tempo de pega devido à ausência do ativador químico na sua preparação, enquanto o cimento HAGJET, que teve ativador em seu processamento, apresentou tempo de pega menor em ambas as técnicas.

**Palavras-chave:** Tempo de Presa; Cavidade Ressonante; Cimento Odontológico; Hidroxiapatita; Galactomanana.

### ABSTRACT

The setting time of dental cements is an important clinical parameter, as it estimates the time available to carry out the post-cement treatment, which cannot be long or short. Currently, this parameter can be determined using the ISO 6876/2001 and ADA 57/2000 standards. These techniques use the Gilmore needle and perform only a superficial analysis to determine the setting time, and it is not possible to indicate whether the cement has completely dried. The objective of this work was to determine the setting time using the resonant cavity method of cements based on Hydroxyapatite (Hap) and galactomannan (Gal) extracted from *Adenantha pavonina* L. seeds. Two compounds were prepared: HAG (75% HAp and 25% Gal by weight as solid phase and 0.30 mL of distilled water as liquid phase) and HAGJET (75% Hap, 2% by weight of Gal powder with 0.10 mL of commercial catalyst JET (methyl dimethyl methacrylate) p-toluidine) and 0.20 ml of distilled water). The solid phase in each material was dissolved in the liquid corresponding to each compound formed. The insertion of HAG and HAGJET cements generated a disturbance in the electric field due to the presence of free water in the sample, where this disturbance decreases as the cement hardens due to the evaporation of this free water. According to the results, the HAG cement had the longest setting time due to the absence of the chemical activator in its

preparation, while the HAGJET cement, which had the activator in its processing, presented the lowest setting time in both techniques.

**Keywords:** Setting Time; Resonant Cavity; Dental Cement; Hydroxyapatite; Galactomannan.

## 1. INTRODUÇÃO

Quando a água é adicionada na fase sólida do cimento, começa as reações de hidratação, adquirindo consistência gradual e formando uma pasta plástica; com o passar do tempo, a mistura perderá sua consistência até atingir seu estado de endurecimento, ocorrido devido à perda de água livre presente na composição do cimento [1].

O fenômeno que abrange o desenvolvimento das propriedades mecânicas do cimento no início do endurecimento é chamado de tempo de presa, onde há dois períodos que distinguem este evento: início e fim do tempo de presa [2–3]. O primeiro é definido pelo tempo entre as adições do líquido até o início das reações com os constituintes do cimento. Este período ocorre através do aumento da viscosidade súbita [4–5].

O fim do tempo de presa é caracterizado quando o cimento torna-se indestrutível e é apresentado como um bloco monolítico. Este tempo de presa pode não ser tão extenso porque o mesmo deve retornar sua atividade construtiva em um tempo razoável [4–5]. O tempo de presa dos selantes é um parâmetro clinicamente importante porque sugere o tempo disponível para realizar o tratamento após a preparação do cimento. Alguns fatores como temperatura, a relação entre a fase líquida e a fase sólida, tamanho de partícula, ambiente e pH podem interferir com o tempo de ajuste do cimento [6].

O tempo de colocação do cimento não pode ser longo ou curto, uma vez que um tempo de presa prolongado pode prejudicar o comportamento clínico e promover a degradação do material, assim, pode beneficiar a penetração de substâncias irritantes e promover a liberação de prováveis produtos tóxicos. Por outro lado, um tempo muito curto pode não ser suficiente para o tratamento completo do canal radicular [7].

A Organização Internacional de Padronização – Especificação ISO 6876/2001 [8] para materiais de vedação de canais radiculares e a ADA (American Dental Association) especificação nº 57/2000 [9] para materiais de vedação endodôntica representam técnicas utilizadas para determinar o tempo de colocação de selantes. Neste estudo, utilizamos o método da cavidade ressonante para determinar o tempo de presa do cimento à base de hidroxiapatita ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  – HAp), biocerâmico bioativo e biocompatível, com o sistema biológico e biopolímero natural – galactomanana (Gal) extraído de sementes de *Adenanthera pavonina* L.

A técnica é baseada em uma cavidade ressonante delimitada por uma região dielétrica demarcada por paredes condutoras que podem armazenar energia. Caracterizado por uma frequência de ressonância fundamental ( $f_0$ ) e um fator de qualidade (Q) [10]. A frequência central da cavidade não só absorve energia, onde a absorção é máxima, mas também absorve determinada faixa de frequência, designada largura de banda da cavidade ressonante (W) [11]. Assim,  $f_0 = QW$  [10].

Quando há inserção de uma amostra na cavidade, ocorre uma perturbação do campo elétrico devido às propriedades do material que compõe essa amostra [12]. Esse distúrbio é mais um campo elétrico maior medido no espaço [13].

Quando se introduz um material numa cavidade ressonante, provoca-se uma perturbação do campo elétrico. Esta perturbação é tanto mais mensurável quanto maior for o campo elétrico nesse espaço [13–14].

O objetivo deste estudo foi determinar o tempo de presa do cimento à base de hidroxiapatita e galactomanana extraídos das sementes de *Adenanthera pavonina* L., pelo método da cavidade ressonante, comparando-o com o obtido pela ISO 6876/2001.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Extração da galactomanana das sementes de *Adenanthera pavonina* L. e preparação da solução de gal

A galactomanana foi extraída de sementes de *Adenanthera pavonina* L. (1,25 cm de diâmetro em média) coletadas na cidade de Imperatriz – MA. O método consistiu no aquecimento das sementes em água destilada (30 minutos após ebulição), para inativar as enzimas endógenas presentes nas sementes, e posterior intumescimento por um período de 24 horas. Em seguida, as sementes foram lavadas e, os endospermas separados, manualmente, do embrião e do tegumento. Depois da separação, os endospermas foram desidratados em acetona e, em seguida foi realizada a pulverização do material (Figura 1) [15–16]. A solução de galactomanana (10%) foi preparada pela solubilização e homogeneização de 0,5 g do pó de Gal em 5 mL de água destilada. Esse procedimento foi realizado no laboratório de Operações Unitárias na UFMA – Campus Bom Jesus localizado em Imperatriz – MA.

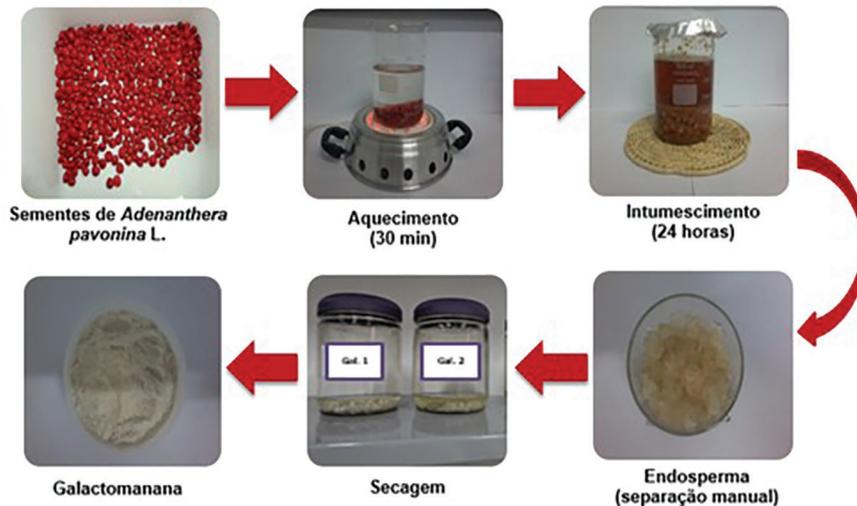


Figura 1: Sequência do processo de extração da Galactomanana (Gal).

## 2.2. Síntese da hidroxiapatita (HAp)

A hidroxiapatita  $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$  foi sintetizada pela técnica de moagem mecânica de alta energia com um moinho planetário de bolas (Fritzch Pulverisette 5) durante 20 horas e rotação de 370 rpm com pausa de 10 minutos seguida a cada 30 min de moagem, de modo a evitar o aquecimento excessivo do moinho. Os Reagentes utilizados na síntese foram hidróxido de cálcio –  $[Ca(OH)_2]$  (Sigma/Aldrich) a 96% e fosfato de Cálcio  $[CaHPO_4]$  (Sigma/Aldrich) 99%, em quantidades estequiométricas (equação 1) [17–19]. A proporção da massa do pó para a massa das bolas foi de 1/6. A cada 30 minutos de moagem, foram realizadas pausas de 10 minutos para evitar o calor excessivo do moinho



## 2.3. Preparação dos cimentos

Dois tipos de cimentos foram desenvolvidos e divididos em dois grupos: no grupo 1 a homogeneização do pó (HAp e Gal) foi realizada com água destilada empiricamente, onde a cada quantidade de HAp e Gal estabelecida era realizada a homogeneização com água destilada e após o seu tempo de presa, o cimento era imerso em aproximadamente 50 mL de água destilada, com o intuito de observar o comportamento do material na presença do solvente.

Observou-se que, com uma quantidade maior de HAp e uma quantidade inferior de Gal, na presença de água, o material se fragmentava. O processo inverso favorecia a uma excessiva absorção do solvente, devido a grupos hidrofílicos presente na Gal. Portanto, após, a experimentação de cada quantidade do pó, determinou-se que a quantidade ideal de HAp e Gal seria de 75% (m/m) e 25% (m/m), respectivamente e 0,30 mL de água destilada (ver Tabela 1). Ambos os cimentos e a hidroxiapatita foram preparados no laboratório FSCOSD (Physics of Semiconductors, Optoelectronics and disordered Systems) da Universidade de Aveiro – Portugal.

No grupo 2, a quantidade ideal de HAp e de Gal foi de 75% (m/m) e 25% (m/m), respectivamente. Determinada de acordo com o método realizado no grupo 1. A homogeneização do pó foi realizada com 0,10 mL do catalisador comercial JET (metacrilato de metila e dimetil-p-toluidina – Clássico, Brasil) e 0,20 mL de água destilada. Essas quantidades foram acertadas pelo método empírico.

Tabela 1: Nomenclatura dos compósitos.

MATERIAL	DESCRIÇÃO
HAG	75% (m/m) de HAp e 25% (m/m) de Galactomanana (Gal) + 0,30 mL de água destilada
HAGJET	HAG + 0,10 mL de metil metacrilato e dimetil-p-toluidina (catalisador comercial JET) e 0,20 mL de água destilada

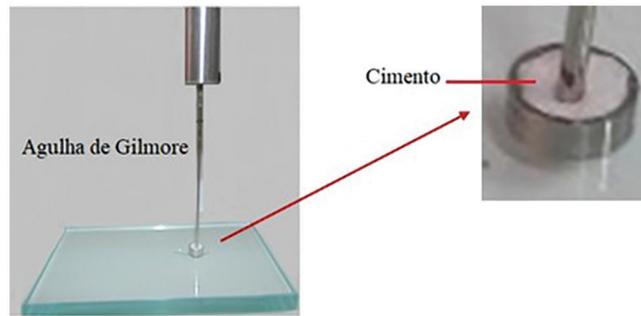


Figura 2: Agulha de Gilmore para determinação do tempo de presa padronizado.

#### 2.4. Determinação do tempo de presa padrão

A determinação do tempo de presa padrão (ISO 6876/2001) foi conduzido homogeneizando-se o cimento de acordo com a metodologia da preparação desses cimentos. Em seguida as amostras foram colocadas em um molde com diâmetro de 10 mm e altura de 3,5 mm e, decorrido o tempo de 120 s a partir do início da homogeneização abaixou-se a agulha de Gilmore com ponta cilíndrica plana de 2 mm de diâmetro, 11 mm de comprimento e massa de 100 g (Figura 2), perpendicular à superfície da amostra. A agulha de Gilmore foi abaixada de 10 em 10 minutos, até a tomada da presa do material.

O tempo de presa foi determinado como o tempo decorrido entre o início da homogeneização e o tempo no qual a agulha não pudesse mais tocar o fundo do cilindro, na qual a massa do cimento foi inserida e quando a ponta da agulha não apresentasse resíduos do material. Foram realizadas três determinações para cada grupo do cimento, obtendo-se uma média aritmética que representou o tempo de presa dos materiais.

#### 2.5. Determinação do tempo de presa pelo método da cavidade ressonante

Essa técnica é baseada nas mudanças na frequência de ressonância e no fator de qualidade dessa cavidade devido à presença de uma amostra interior a ela. Este método foi projetado para amostras totalmente inseridas, mas ocupando um volume estreito dentro da cavidade [20–22].

O método de perturbação ressonante é amplamente utilizado na caracterização de propriedades dielétricas na faixa de frequência na região de micro-ondas de vários materiais [23–25]. O sucesso deste método depende da medição dos valores da frequência de ressonância  $f$  e do fator de qualidade  $Q$  com precisão, antes e depois da inserção da amostra na cavidade. Os parâmetros da cavidade dependem do volume, geometria, modo de operação, forma, dimensões e localização do objeto dentro da cavidade. Para uma determinada cavidade com uma amostra de forma regular e dimensões bem definidas, pode-se determinar a permitividade do material [26]. As cavidades ressonantes foram utilizadas para avaliar as propriedades dielétricas de amostras geometricamente definidas quando a cavidade é calibrada com uma amostra dimensionalmente idêntica de permitividade conhecida ( $\epsilon$ ).

As frequências centrais ( $f_0$ ) da cavidade com a amostra padrão e os cimentos HAG e HAGJET foram obtidas a partir da curva Lorentziana ajustada em cada ponto experimental de picos de ressonância em diferentes intervalos de tempo.

O fator de qualidade de uma cavidade preenchida é a razão de sua frequência de ressonância ( $f_0$ ) e a frequência lateral em que a potência cai para a metade do alvo, isto é, a largura de banda da frequência de ressonância da cavidade ( $W$ ). Assim, quanto maior o fator de qualidade, menor largura de banda e consequentemente, mais seletivo é a cavidade em relação à frequência de excitação. O fator de qualidade ( $Q$ ) da amostra padrão e do material formado foi calculado pela equação 1.

$$Q = \frac{f_0}{W} \quad (2)$$

Conhecendo a frequência central da cavidade vazia e amostras dos cimentos HAG e HAGJET, o volume interno da cavidade ressonante e o volume da amostra é possível calcular a constante dielétrica ( $\epsilon'$ ) de cada material em um intervalo de tempo diferente (equação 2). A inserção da amostra dentro de uma cavidade provoca a mudança da resposta da transmissão. A mudança na frequência de ressonância da cavidade,  $\Delta f (f_2 - f_1)$ , está relacionada à parte real da permitividade complexa  $\epsilon'$  em que  $f_1$  é a frequência central da cavidade vazia,  $f_2$  é a

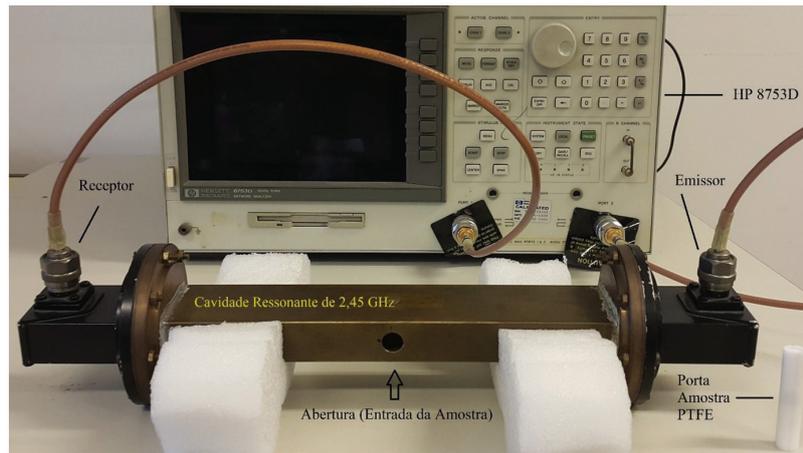


Figura 3: Cavidade ressonante retangular de 2,45 GHz.

frequência central da cavidade perturbada com a amostra,  $V$  é o volume interno da cavidade ressonante e  $v$  é o volume da amostra.

$$\epsilon' = 1 + \frac{1}{2} \left( \frac{f_1 - f_2}{f_2} \right) \frac{V}{v} \quad (3)$$

A mudança no inverso do fator de qualidade da cavidade,  $\Delta(1/Q)$ , está relacionada à parte imaginária,  $\epsilon''$ . Quando consideramos a perturbação da primeira ordem no campo elétrico causada pela amostra, correspondente a uma linearidade da perturbação com o volume da amostra, as relações são simples [27–28], ou seja:

$$\frac{\Delta f}{f_0} + i\Delta \left( \frac{1}{2\Delta Q} \right) - \epsilon_o (\epsilon^* - 1) \frac{\int_{VS} E_i^* E_o dv}{\int_v \epsilon_o E_o^2 dv} \quad (4)$$

onde  $\epsilon^* = \epsilon' - i\epsilon''$  é a permissibilidade complexa do material, e  $E_i$  e  $E_o$  são os campos elétricos dentro e fora do material. A integração é realizada no volume da amostra,  $VS$ , e no volume da cavidade,  $V$ .

A escolha dos dados experimentais foi realizada usando o analisador de rede da Hewlett-Packard – HP 8753D e uma cavidade retangular de 2,45 GHz (Figura 3) e tempo padrão 180 min. O analisador avalia as propriedades de reflexão e transmissão dos dispositivos de rede. Este aparelho mede os parâmetros  $S_{nm}$ , que distinguem a potência transmitida ou refletida por um respectivo sinal. Onde o índice  $n$  refere-se à porta do equipamento em teste, na qual o sinal está a emergir e o índice  $m$  à porta do equipamento em teste onde o sinal incide. Sendo, portanto, a análise dos dados do material em estudo nesta pesquisa realizada em transmissão ( $S_{12}$ ). Como amostra padrão a comparar, os dados obtidos em relação aos cimentos HAG e HAJET, foi utilizado o politetrafluoroetileno (PTFE). Ambas as técnicas foram realizadas no laboratório FSCOSD (Physics of Semiconductors, Optoelectronics and disordered Systems) da Universidade de Aveiro – Portugal.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O tempo de presa dos cimentos endodônticos é clinicamente importante, pois ele sugere o intervalo de tempo disponível para a realização do tratamento após a preparação do cimento. Esse tempo não pode ser muito longo e nem muito curto, uma vez que, um prolongado tempo de presa pode danificar o comportamento clínico e favorecer a deterioração do cimento e, assim, beneficiar a penetração de agentes irritantes e liberação de prováveis produtos tóxicos. Por sua vez, um tempo muito curto pode não ser suficiente para o tratamento completo do canal radicular [7].

Observa-se pelos dados contidos na Tabela 2 que dentre os cimentos em estudo, o HAG ofereceu o maior tempo de presa (183,33 min), devido à ausência de um ativador na sua composição. Por sua vez, o cimento

**Tabela 2:** Tempo de presa dos cimentos HAG e HAGJET (média, desvio padrão e coeficiente de variância, n = 3). Os resultados mostraram diferença significativa entre si (p < 0,05).

CIMENTOS	TEMPO DE PRESA (MIN)	COEFICIENTE DE VARIÂNCIA (%)
HAG	183,33 ± 5,77	3,14
HAGJET	143,33 ± 5,77	4,03

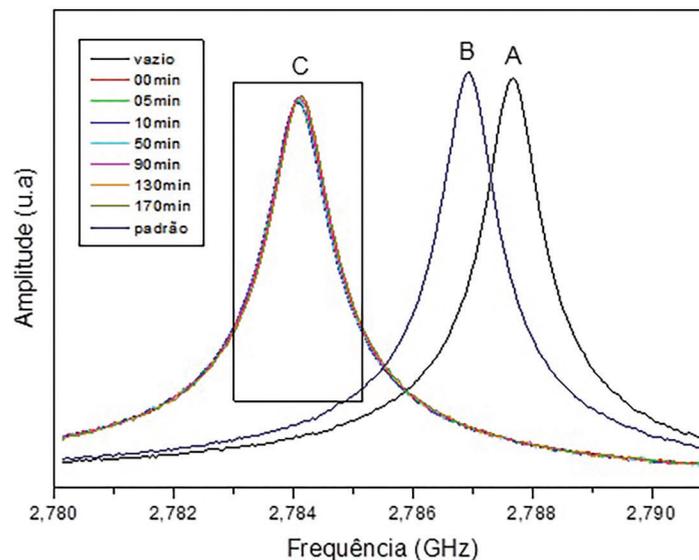
HAGJET (143,33 min) exibiu menor tempo de presa, comparado ao HAG, característica atribuída a presença do ativador químico (JET) na amostra.

O método da cavidade ressonante foi utilizado para determinar o tempo de presa dos cimentos HAG e HAGJET, onde na Figura 4 mostra o espectro de frequência para a cavidade na faixa de 2,45 GHz do cimento HAG, em momentos diferentes. No gráfico, observa-se a transmissão da cavidade vazia, com a amostra padrão (PTFE) e o HAG, onde pode-se observar que a inserção desse cimento na cavidade produz uma perturbação clara refletindo nos picos de ressonância deslocados para frequências mais baixas, devido à presença de água livre ( $\epsilon' = 80$ ) no material.

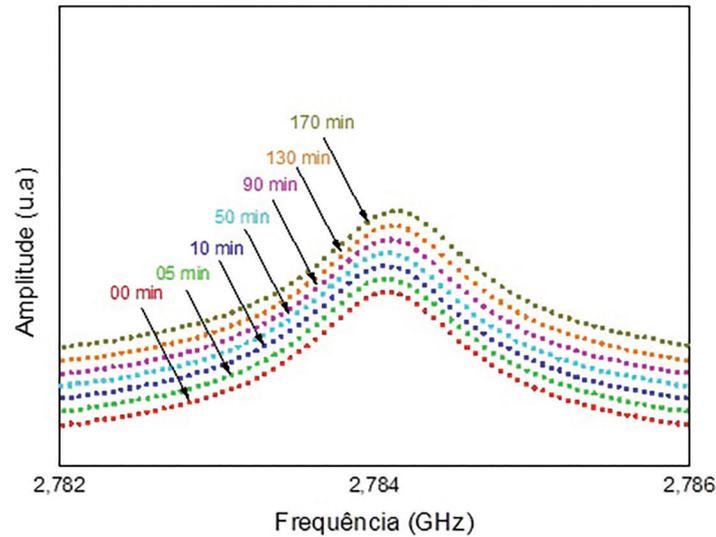
Essa água livre exibe um relaxamento na região de micro-ondas, refletindo assim o componente imaginário da permissividade total,  $\epsilon''$ . Portanto, quanto maior a quantidade de água presente no material, maior a perturbação do campo elétrico dentro da cavidade ressonante [14]. Este distúrbio altera a medida que o cimento endurece, isto é, a medida em que a água livre evapora. A Figura 5 mostra com mais clareza a forma como a frequência de ressonância da cavidade é afetada pela inserção do cimento HAG, observando-se que, no tempo de finalização da análise (170 min), praticamente não houve mudança de pico para frequências mais altas, perto da amostra padrão, indicando que a presença de água livre no material estava desaparecendo, sugerindo o fim do tempo de presa do HAG.

A Tabela 3 apresenta os dados relativos ao fator de qualidade (Q), frequência central ( $f_0$ ) e constante dielétrica ( $\epsilon'$ ) da cavidade vazia, amostra padrão e cimento HAG, onde o Q aumenta com o tempo, indicando que a condutividade do material diminuiu em virtude da redução da quantidade de água livre, sugerindo assim o endurecimento do cimento ao longo do tempo. No entanto, os valores relativos à sua frequência central mostram que o mesmo permanece constante ao longo do tempo, mudando apenas para a amostra padrão, confirmando que em 170 min, o cimento HAG não foi endurecido completamente no tempo de ajuste.

A Figura 6 mostra uma perturbação causada pela inserção do cimento HAGJET dentro da cavidade, a partir da medição da transmissão da cavidade padrão e da cavidade vazia, observando-se o deslocamento de picos de ressonância para frequências mais baixas. Essa perturbação é causada devido à presença de água livre na amostra. A Figura 7 mostra mais claramente, como a frequência de ressonância da cavidade é afetada pela inserção do cimento HAGJET.



**Figura 4:** Transmissão de cavidade; (A) – Aberta; (B) – Padrão (Teflon); (C) – HAG.



**Figura 5:** Transmissão da cavidade do cimento HAG em diferentes tempos.

**Tabela 3:** Valores do fator de qualidade ( $Q$ ), centro de frequência ( $f$ ) e constante dielétrica ( $\epsilon'$ ) a diferentes tempos para o cimento HAG. Os subscritos  $0$  e  $l$  indicam cavidade vazia e preenchida com o cimento, respectivamente.

CIMENTO HAG	$Q_l (10^3)$	$f_l$ (GHz)	$Q_0 (10^3)$	$f_0$ (GHz)	$\epsilon'$
Vazia	–	–	1,928	2,7877	–
Padrão	1,947	2,7869	1,928	2,7877	1,017
00 min	1,677	2,7841	1,928	2,7877	1,015
05 min	1,684	2,7841	1,928	2,7877	1,015
10 min	1,685	2,7841	1,928	2,7877	1,015
30 min	1,685	2,7841	1,928	2,7877	1,015
50 min	1,688	2,7841	1,928	2,7877	1,015
70 min	1,689	2,7841	1,928	2,7877	1,015
90 min	1,691	2,7841	1,928	2,7877	1,015
110 min	1,698	2,7841	1,928	2,7877	1,015
130 min	1,705	2,7841	1,928	2,7877	1,015
150 min	1,707	2,7841	1,928	2,7877	1,015
170 min	1,709	2,7841	1,928	2,7877	1,015

Nos primeiros minutos de observação, os picos de ressonância ecoam praticamente na mesma frequência aproximadamente entre 130 a 150 min, iniciando um movimento para a maior amostra de amostras padrão (PTFE). Também é possível verificar que, com o aumento de tempo, observamos no estreitamento das curvas, devido à evaporação de água livre, que a redução da largura no gráfico indica que a amostra contém menos água e consequentemente o endurecimento do cimento.

A Tabela 4 apresenta os dados relativos a  $Q$ ,  $f_0$  e  $\epsilon'$  da cavidade vazia, amostra padrão e cimento HAGJET, confirmando a perturbação dentro da cavidade quando o mesmo é inserido. A frequência central da cavidade vazia da amostra padrão e do cimento percorrem cerca de 2,7877 GHz, 2,7869 GHz e 2,7848 GHz, respectivamente, onde na faixa compreendida entre 150 e 170 min, esta perturbação é minimizada e os valores de frequência central do cimento começam a uma aproximação da amostra padrão, 2,7851 GHz e 2,7869 GHz, respectivamente.

Os dados relativos ao fator de qualidade mostram que ao longo do tempo há um aumento neste parâmetro porque a quantidade de água livre na amostra é minimizada devido a uma diminuição da condutividade e à perturbação da cavidade ressonante. Esses dados sugerem que a partir de 150 minutos, o cimento HAGJET começa a estabilizar seus parâmetros de qualidade indicando o fim do tempo de presa do material.

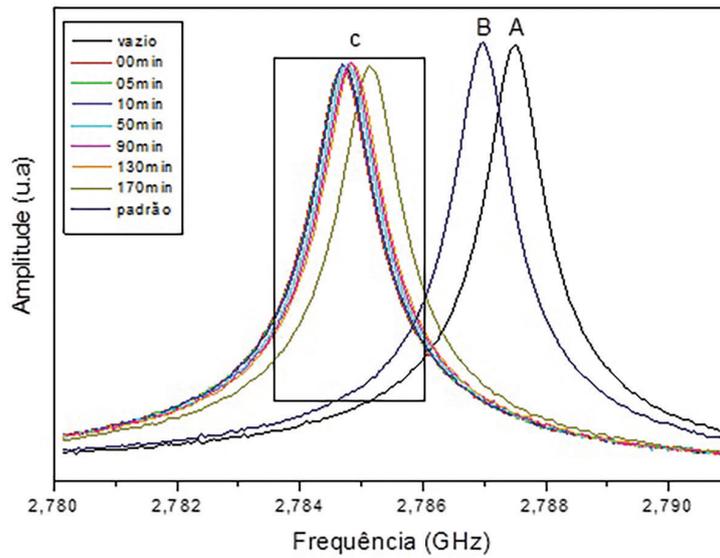


Figura 6: Transmissão de cavidade; (A) – Aberta; (B) – Padrão (Teflon); (C) – HAGJET.

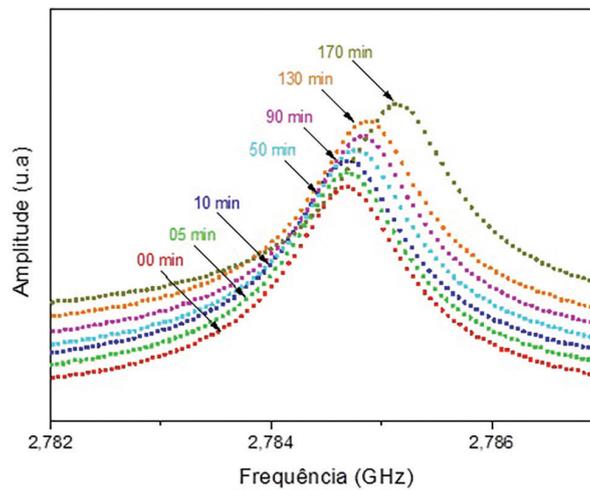


Figura 7: Transmissão da cavidade do cimento HAGJET em diferentes tempos.

Tabela 4: Valores do fator de qualidade ( $Q$ ), centro de frequência ( $f$ ) e constante dielétrica ( $\epsilon'$ ) a diferentes tempos para o cimento HAGJET. Os subscritos  $\theta$  e  $l$  indicam cavidade vazia e preenchida com o cimento, respectivamente.

CIMENTO HAGJET	$Q_l (10^3)$	$f_l (GHz)$	$Q_\theta (10^3)$	$f_\theta (GHz)$	$\epsilon'$
Vazia	–	–	1,926	2,7877	–
Padrão	1,947	2,7869	1,928	2,7877	1,055
00 min	1,739	2,7847	1,926	2,7877	1,013
05 min	1,746	2,7847	1,926	2,7877	1,013
10 min	1,748	2,7847	1,926	2,7877	1,013
30 min	1,750	2,7847	1,926	2,7877	1,013
50 min	1,758	2,7848	1,926	2,7877	1,012
70 min	1,763	2,7848	1,926	2,7877	1,012
90 min	1,768	2,7848	1,926	2,7877	1,012
110 min	1,775	2,7848	1,926	2,7877	1,012
130 min	1,777	2,7848	1,926	2,7877	1,012
150 min	1,797	2,7851	1,926	2,7877	1,011
170 min	1,797	2,7851	1,926	2,7877	1,011

#### 4. CONCLUSÃO

Com base nos resultados, o cimento HAG teve o maior tempo de presa devido à ausência do ativador químico na sua preparação, enquanto o cimento HAGJET apresentou tempo de presa menor. O método da cavidade ressonante é apresentado como uma técnica adicional para determinar os tempos de presa dos cimentos no campo odontológico, comparando-se ao padrão (ISO 6876/2001).

Nos cimentos onde a fase líquida é composta principalmente de água, este método fornece resultados mais precisos, porque a técnica analisa uma possível perturbação do campo elétrico que pode ocorrer devido a propriedades no material e o distúrbio diminui a extensão em que o cimento obtém o definir o tempo, ou seja, a extensão em que a água livre se evapora. As técnicas disponíveis para determinar o tempo de ajuste do cimento, como ISO e ADA, executam apenas uma revisão superficial, não sendo possível indicar se o material está completamente seco.

#### 5. AGRADECIMENTOS

O autor agradece aos órgãos de fomento CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), FAPEMA (Fundação de Amparo à Pesquisa e Desenvolvimento Científico do Maranhão), CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) e ao Departamento de Física da Universidade de Aveiro, grupo I3N (Aveiro, Portugal).

#### 6. BIBLIOGRAFIA

- [1] MEHTA, R.K, MONTEIRO, P.J.M., *Concrete Microstructure, Properties, and Materials*. 3 ed. São Paulo: McGraw-Hill, 2008.
- [2] PAVIA, D.L., LAMPMAN, G.M., KRIZ, G.S., *et al.*, *Introduction to spectroscopy*. 5 ed. Califórnia: Cengage Learning, 2015.
- [3] VEDACIT, *Manual Técnico de Impermeabilização de Estruturas*, 7 ed., 2012.
- [4] SHARMA, R.L, PANDEY, S.P., “The influence of mineral additives on the hydration characteristics of ordinary Portland cement”, *Cement and Concrete Research*, v. 29, pp. 1525–1529, 1999.
- [5] SERGRE, N.C., JOEKES, I., “Use of tire rubber particles as addition to cement paste”, *Cement and Concrete Research*, v. 30, pp. 1421–1425, 2000.
- [6] FARONI, G., FINGER, M.S., MASSON, M.C., *et al.*, “Comparative evaluation of flow and setting time of MTA Fillapex® cement”, *RFO/UPF*, v. 18, n. 2, pp. 180–184, 2013.
- [7] ALLAN, N.A., WALTON, R.E., SHAFFER, M., “Setting time for endodontic sealers under clinical usage and in vitro conditions”, *Journal of Endodontics*, v. 27, n. 6, pp. 421–423, 2001.
- [8] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO). *ISO-6876*. Geneva: ISO, 2021.
- [9] AMERICAN NACIONAL STANDARD. AMERICAN DENTAL ASSOCIATION SPECIFICATION (ANSI/ADA). *Specification No. 57*. Chicago: ANSI/ADA, 2000.
- [10] MONTGOMERY, C.G., *Principles of microwave circuits*. New York: Dover Publications Inc., 1965.
- [11] CALLA, O.P.N., MISHRA, S.K., BOHRA, D., *et al.*, “Design a tunable cavity resonator for complex permittivity measurement of low-loss material at L band”, *Indian Journal of Pure & Applied Physics*, v. 46, n. 2, pp. 134–138, 2008.
- [12] MACÊDO, A.A.M., SOMBRA, A.S.B., MAZZETTO, S.E., *et al.*, “Influence of the polysaccharide galactomannan on the dielectrical characterization of hydroxyapatite ceramic”, *Composites Part B: Engineering*, v. 44, n. 1, pp. 95–99, 2013.
- [13] DEVESA, S.M., *Propriedades eléctricas de polímeros para aplicações industriais na banda das microondas*. Dissertação (Mestrado em Física Aplicada), University of Aveiro, Aveiro, 2007.
- [14] REIS, M.F.S., *Estudo da Presa Do Cimento por Medidas Eléctricas*. Dissertação (Mestrado em Física Aplicada), University of Aveiro, Aveiro, 2007.
- [15] SILVA, C.C., SOMBRA, A.S.B., MAZZETTO, S.E., “Influence of the polysaccharide galactomannan on the dielectrical characterization of hydroxyapatite ceramic”, *Composites B*, v. 44, pp. 95–99, 2013.
- [16] SOARES, C.E.A., *Structural Characterization and Potential of Galactomannan Adenanthera pavonina L. As the raw material for the production bioactive edible films*. Tese (Doutorado em Bioquímica), Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2009.
- [17] SILVA, C.C., THOMAZIN, A.G., PINHEIRO, A.G., *et al.*, “Optical properties of hydroxyapatite obtained by mechanical alloying”, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, v. 63, n. 9, pp. 1745–1757, 2002.

- [18] SILVA, C.C., GRAÇA, M.P.F., SOMBRA, A.S.B., *et al.*, “Structural properties of hydroxyapatite obtained by mechano-synthesis”, *Solid State Sciences*, v. 5, n. 4, pp. 553–558, 2003.
- [19] SILVA, C.C., GRAÇA, M.P.F., SOMBRA, A.S.B., *et al.*, “Structural and electrical study of calcium phosphate obtained by a microwave radiation assisted procedure”, *Physica B: Condensed Matter*, v. 404, n. 8–11, pp. 1503–1508, 2009.
- [20] BETHE, H.A., SCHWINGER, J., “Perturbation theory for cavities”, *NRDC Report D1–117*. New York: Cornell University 1943.
- [21] KAHHAN, T., *Méthode de perturbation appliquée à l'étude des cavités électromagnétiques*, *Comptes Paris*. Paris: Rendus, 1945.
- [22] SLATER, J., *Microwave Electronics*. New York: Van Nostrand Co. Ltd., 1950.
- [23] CHEN, L., ONG, C.K., TAN, B.T.G., “A resonant cavity for high accuracy measurement of microwave dielectric properties”, *Measurement Science and Technology*, v. 7, n. 9, pp. 1255–1259, 1996.
- [24] COSTA, L.C., DEVESA, S., HENRY, F., *et al.*, “Microwave dielectric properties of polybutylene terephthalate (PBT) with carbon black particles”, *Microwave and Optical Technology Letters*, v. 46, n. 1, pp. 61–63, 2005.
- [25] COSTA, L.C., CORREIA, A., VIEGAS, A., *et al.*, “Dielectric characterisation of plastics for microwave oven applications”, *Materials Science Forum*, v. 480–481, pp. 161–164, 2005.
- [26] KRASZEWSKI, A.W., NELSON, S.O., “Observations on resonant cavity perturbation by dielectric objects”, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, v. 40, n. 1, pp. 161–164, 2005.
- [27] HENRY, F., *Développement de la métrologie hyperfréquences et application à l'étude de l'hydratation et la diffusion de l'eau dans les matériaux macromoléculaires*. Tese (Doutorado), Centre national de la recherche scientifique, Paris, 1982.
- [28] AMARAL, F., COSTA, L.C., VALENTE, M.A., *et al.*, “The colossal dielectric constant of poly- and single-crystalline  $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$  fibres grown by the laser floating zone technique”, *Acta Materialia*, v. 59, n. 1, pp. 102–111, 2011.