

Universidade Federal de Minas Gerais

Escola de Engenharia

**Caracterização do esmalte e dentina humana e de biomateriais a
base de fosfato de cálcio para estudos radiológicos**

Madelon Aparecida Fernandes Zenóbio

Belo Horizonte

2012

Universidade Federal de Minas Gerais
Escola de Engenharia

Caracterização do esmalte e dentina humana e de biomateriais a base de fosfato de cálcio para estudos radiológicos

Tese de doutorado apresentada ao Programa de Pós de Graduação em Ciências e Técnicas Nucleares do Departamento de Engenharia Nuclear da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais para obtenção do grau de doutor em Ciências e Técnicas Nucleares

Área de concentração: Ciências das Radiações

Orientado(a): Madelon Aparecida Fernandes Zenóbio

Orientador(a): Dra. Maria do Socorro Nogueira

Coorientador: Dr Teógenes Augusto da Silva

Belo Horizonte

Z55c

Zenóbio, Madelon Aparecida Fernandes.

Caracterização do esmalte e dentina humana e de biomateriais a base de fosfato de cálcio para estudos radiológicos [manuscrito] / Madelon Aparecida Fernandes Zenóbio. – 2012. 133 f., enc.: il.

Orientadora: Maria do Socorro Nogueira.

Coorientador: Teógenes Augusto da Silva.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f.110-119.

1. Engenharia nuclear – Teses. 2. Biomateriais – teses. 3. Número atômico – Teses. I. Nogueira, Maria do Socorro. II. Silva, Teógenes Augusto da. III. Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia. IV. Título.

CDU: 621.039(043)

Dedico este trabalho ao Elton e aos meus filhos
pela compreensão, carinho e incentivo nos momentos
em que estive ausente para a realização de minha pesquisa.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus por mais esta oportunidade de realização profissional.

Aos meus pais, José Ribeiro (in memoriam) e Darci, e aos meus irmãos, pelo amor, incentivo e confiança.

À Dra. Maria do Socorro pelo apoio, orientação e confiança na produção deste trabalho de pesquisa;

Ao Dr. Teógenes Augusto da Silva pela coorientação e apoio técnico científico que muito me ajudou na realização do trabalho;

Ao Departamento de Engenharia Nuclear e seus professores, que deram suporte e ajudaram na difusão do conhecimento para o desenvolvimento deste trabalho;

Ao Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, em especial ao Laboratório de Calibração de Dosímetros, Laboratório de Materiais Nanoestruturados para Bioaplicações, laboratório do Núcleo de Tecnologia de Combustível, Centro de Produção Mecânica, Laboratório de Ensaios Mecânicos; Laboratório de Radioquímica.

Ao Dr. Marcus Aurélio P. Santos pela sua colaboração nas medidas dos espectros de raios X no Laboratório de raios X da Divisão de Metrologia do Centro Regional de Ciências Nucleares (CRCN);

À Dra. Edésia Martins Barros de Souza pela colaboração e cooperação muito útil no desenvolvimento deste trabalho;

À Dra. Luciana Cardoso Fonseca pela amizade, apoio e cooperação no desenvolvimento deste trabalho.

À Dra. Maria Auxiliadora Fortini Veloso pela cooperação nas correções durante o desenvolvimento deste trabalho;

Ao Dr. Ricardo Alberto N. Ferreira pelo valioso suporte técnico no projeto de fabricação das pastilhas de hidroxiapatita;

Ao José Gomes Soares Filho e Marlúcio Antônio da Silva do Centro de Produção Mecânica pelo trabalho e apoio na fabricação da matriz para fabricação das pastilhas de hidroxiapatita;

Ao Nirlando Antônio Rocha pelo suporte técnico para a fabricação das pastilhas de hidroxiapatita;

À Virgínia Lucia Rodrigues pelo auxílio nas correções bibliográficas e à Angélica Araújo sempre presente e prestativa durante a produção deste trabalho.

Aos todos os funcionários do CDTN que me auxiliaram no desenvolvimento deste trabalho, em especial, Ângela Amaral, Oliene, Dovenir, Maria Olivia, Eliane, Luiz Carlos, Bittar, Annibal, Flávio, Emil, Nirlando, Wagner, Zilmar, João Batista, Sônia, José Gomes, Marlúcio, Helena Palmiere;

E a todos que de forma direta ou indireta ajudaram durante o desenvolvimento deste trabalho, muito obrigado.

RESUMO

Investigações teóricas e experimentais baseadas na interação da radiação com a matéria, com específicas aplicações médicas e tecnológicas, apresentaram como objetivos o diagnóstico médico, a análise química e dosimetria, utilizando materiais orgânicos e inorgânicos. Neste contexto, o objetivo deste estudo foi determinar as características dosimétricas do esmalte e da dentina humana das estruturas dentais e diferentes biomateriais a base de fosfato de cálcio, com intuito de obter-se um tecido substituto que simule o esmalte e dentina, na detecção da imagem de raio X diagnóstico. Como materiais e método, a composição do esmalte, dentina humana e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio – Bio-Oss®, Cerasorb® M Dental, Straumann Bonoceramic® e Osteogen® foram determinadas por meio da técnica de Análise de Ativação Neutrônica (INAA), Análise Elementar (AE), Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES) e Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios X (EDX). Os mesmos espécimes foram utilizados como atenuadores para as medidas do espectro de energia dos raios X transmitido, nas qualidades RQRs da International Electrotechnical Commission (IEC), por meio do sistema espectrométrico composto pelo detector CdTe. O coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ), o número atômico efetivo (Z_{eff}) foram determinados e comparados entre todos os espécimes analisados, utilizando-se o programa WinXCOM; assim como a determinação e comparação dos números TC por meio do exame de Tomografia Computadorizada. Os resultados obtidos por meio das técnicas de análises demonstraram uma maior concentração mineral do esmalte em relação à dentina (56,97 %), sendo os elementos com maior concentração o Ca e P. Em todas as tensões analisadas observou-se que o espectro de energia de raios X transmitido através do esmalte tem energia média superior àquele transmitido através da dentina. O μ/ρ dos espécimes de esmalte e dentina diminuiu com o aumento da energia. Os biomateriais avaliados apresentaram um valor mais próximo ao teórico quando foram submetidos a uma maior força de condensação. Observou-se que a diferença entre o valor experimental e teórico apresenta um comportamento decrescente em relação à pressão empregada. Os biomateriais a base de fosfato de cálcio apresentaram Z_{eff} comparado ao valor fornecido pelo programa WinXCOM na faixa de tensão de 10 a 200 keV superior ao esmalte e à dentina. Dentre os biomateriais avaliados Z_{eff} do Osteogen® foi o que apresentou menor variação em relação ao Z_{eff} do esmalte e da dentina. Observou-se que as medidas dos números TC, em Unidades de Hounsfield dos biomateriais dentais aumentaram em relação à pressão de condensação a que foram submetidos. Seus valores foram mais próximos ao esmalte e à dentina quando submetidos a uma maior pressão de condensação. Conclui-se de acordo com a metodologia empregada no presente estudo que a eficiência das técnicas analíticas para determinação elementar do esmalte e dentina humana assim como dos biomateriais analisados, demonstraram a importância do conhecimento dos constituintes no comportamento dos biomateriais. Conclui-se também que a composição, espessura, pressão de prensagem uniaxial das amostras alteram o espectro, permitem comparações ao modelo teórico do programa WinXCOM, e que o biomateriais Osteogen® e Cerasorb M Dental® aproximam-se mais das características da dentina e do esmalte respectivamente como biomateriais simuladores para futuros estudos radiológicos destas estruturas dentárias.

Palavras-chave: tecidos dentais, biomateriais, técnicas analíticas, coeficiente de atenuação mássico, número atômico efetivo, Unidades de Hounsfield.

ABSTRACT

Experimental and theoretical investigation based on the interaction of radiation with matter, with specific technological and medical applications, presented as objective identification, medical diagnostics, chemical analysis and dosimetry using organic and inorganic materials. In this context, the objective of this study was to determine the dosimetric characteristics of enamel and dentin obtained by two methods of separating structure and different dental biomaterials based calcium phosphate, with intent to obtain a material that simulates the enamel and dentin, in detecting the X-ray image diagnosis. As a material and methods, the composition of the enamel and dentin and the biomaterials based on calcium phosphate - Bio-Oss[®], Cerasorb[®] M Dental, Straumann[®] BoneCeramic and Osteogen[®] were determined by the technique of Neutron Activation Analysis (INAA), Elemental Analysis (EA), Mass Spectrometry Inductively Coupled Plasma (ICP/AES) and X-ray Fluorescence (EDX). The same samples were used as attenuators for the measurement of the energy spectrum of X-rays transmitted in qualities RQRs International Electrotechnical Commission (IEC), by means of a spectrometric system comprising the CdTe detector. The mass attenuation coefficient (μ/ρ), the effective atomic number (Z_{eff}) were determined and compared between all the specimens analyzed, using the program WinXCOM; as well the determination and comparison numbers CT performed by Computed Tomography Exam. The results obtained by the techniques of analysis showed that the mineral concentration of the enamel is higher than dentin and elements with a higher concentration Ca and P. In all strains examined was observed that the energy spectrum of X-rays transmitted through the enamel is higher than average power transmitted through the dentin. The μ/ρ of the enamel and dentin specimens decreased with increasing energy. The biomaterials evaluated showed a value closer to the theoretical value when submitted to a higher force condensation. It was observed that the difference between the theoretical and experimental value shows a decreasing behavior in respect to the employed pressure. The biomaterials based calcium phosphate showed the Z_{eff} when compared to the value provided by the program WinXCOM, in the range of voltage of 10 to 200 keV, higher than the enamel and dentin. Among the biomaterials evaluated the Z_{eff} of Osteogen[®] showed the lowest variation in relation to the Z_{eff} of enamel and dentin. It was observed that measures numbers CT of biomaterials dental relative increased according to the condensing pressures which have been subjected. Their values were closer to enamel and dentin when subjected to a higher condensing pressure. It is concluded according to the methodology employed in this study that the efficiency of analytical techniques to determine elemental human dentin and enamel as well as biomaterials tested, demonstrated the importance of the knowledge of the constituents in the behavior of biomaterials. It also follows that the composition, thickness, uniaxial pressure of samples modified the spectrum, allow comparisons to the theoretical model program WinXCOM, and the biomaterials Osteogen[®] and Cerasorb M Dental[®] were closer to the characteristics of dentin and enamel respectively as biomaterials simulators to radiological future studies of these dental structures.

Keywords: dental tissues, biomaterials, analytical techniques, mass attenuation coefficient, the effective atomic number, Hounsfield units.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1- Anatomia dental.....	5
FIGURA 2- Obtenção dos espécimes de esmalte e dentina utilizados como atenuadores.....	38
FIGURA 3- Máquina Universal Instron 5882 100kN.....	39
FIGURA 4- Conjunto para obtenção das pastilhas (matriz em aço VC 131).....	39
FIGURA 5- Obtenção das pastilhas dos biomateriais a base de fosfato de cálcio utilizados como atenuadores.....	40
FIGURA 6- Equipamento de raios X industrial Pantak Seifert Isovolt HS320.....	41
FIGURA 7- Sistema espectrométrico.....	41
FIGURA 8- Detector CdTe AMPTEK e diagrama esquemático da montagem do detector.....	42
FIGURA 9- Amplificador e fonte de alimentação PX2T CdTe.....	42
FIGURA 10- Analisador multicanal MCA 8000 fabricado pela AMPTEK.....	42
FIGURA 11- Versão para MS Windows do programa computacional PMCA V 2.0.1.....	43
FIGURA 12- Sistema de posicionamento experimental utilizado no Laboratório de raios Odontológico da Divisão de Metrologia do Centro Regional de Ciências Nucleares (CRCN).....	45
FIGURA 13-FIGURA 13- Sistema de posicionamento experimental utilizado no Laboratório de Calibração de Dosímetros do CDTN/CNEN.....	46
FIGURA 14 -Sistema de posicionamento utilizado no no Laboratório de Calibração de Dosímetros do CDTN/CNEN.....	46
FIGURA 15- Equipamento de tomografia computadorizada modelo Somatom Definition AS (SIEMENS).....	52
FIGURA 16- Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de dentina, utilizando o feixe de radiação RQR 2.....	69
FIGURA 17 – Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de esmalte, utilizando o feixe de radiação RQR 2.....	70
FIGURA 18 - Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de dentina, utilizando o feixe de radiação RQR 3.....	70
FIGURA 19 - Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de esmalte, utilizando o feixe de radiação RQR 3.....	71

FIGURA 20 - Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de dentina, utilizando o feixe de radiação RQR 4.....	71
FIGURA 21 – Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de esmalte, utilizando o feixe de radiação RQR 4.....	72
FIGURA 22- Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de dentina, utilizando o feixe de radiação RQR 5.....	72
FIGURA 23- Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de esmalte, utilizando o feixe de radiação RQR 5.....	73
FIGURA 24- Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de dentina, utilizando o feixe de radiação RQR 7.....	73
FIGURA 25- Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de esmalte, utilizando o feixe de radiação RQR 7.....	74
FIGURA 26- Camada semi redutora (CSR) de feixes de raios X a uma tensão de 40 a 90 kV determinadas utilizando esmalte e dentina como atenuadores.....	76
FIGURA 27- $\ln(\mu/\rho)$ em função do $\ln(E)$ nos espécimes de esmalte.....	80
FIGURA 28- $\ln(\mu/\rho)$ em função do $\ln(E)$ nos espécimes de dentina.....	81
FIGURA 29- Número atômico efetivo total em relação à energia nas amostras de esmalte, dentina, biomateriais a base de fosfato de cálcio obtidos neste estudo.....	97
FIGURA 30- Medidas dos números TC em dentina.....	101
FIGURA 31- Medidas dos números TC em esmalte.....	102
FIGURA 32- Medidas dos números TC nos biomateriais Osteogen® (50mPa), Bio-Oss® (50 MPa) e Straumann® Boneceramic (100 MPa).....	102
FIGURA 33- Medidas dos números TC nos biomateriais Osteogen® (100 mPa), Bio-Oss® (100 MPa) e Straumann® Boneceramic (75 MPa).....	103
FIGURA 34- Medidas dos números TC nos biomateriais Osteogen® (75mPa), Bio-Oss (75 MPa) e Cerasorb® M Dental (100 MPa).....	103
FIGURA 35- Medidas dos números TC nos biomateriais Osteogen® (25 MPa), Bio-Oss (25 MPa) e Cerasorb® M Dental (75 MPa).....	104
FIGURA 36- Corte coronal, das amostras de esmalte, dentina e biomateriais dentais- Bio-Oss®, Cerasorb® M Dental, Straumann® Boneceramic e Osteogen®.....	107

LISTA DE TABELAS

TABELA 1- Valores de tensão, primeira camada semirredutora (1ª CSR) e coeficiente de homogeneidade para as radiações de referência RQR implantadas no Laboratório de Calibração de Dosímetros do CDTN/CNEN.....	45
TABELA 2- Especificações técnicas do equipamento de Tomografia Computadorizada.....	53
TABELA 3- Concentração (%) dos elementos determinados em esmalte por meio da Análise por Ativação Neutrônica (INAA) e Análise por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES).....	55
TABELA 4- Concentração (%) dos elementos determinados em dentina por meio da Análise por Ativação Neutrônica (INAA) e Análise por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES).....	56
TABELA 5- Concentração (%) dos elementos determinados nos biomateriais a base de fosfato de cálcio por meio da técnica de Análise por Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDX).....	57
TABELA 6- Concentração (%) dos elementos determinados nos biomateriais a base de fosfato de cálcio por meio da Análise por Ativação Neutrônica (INAA).....	58
TABELA 7- Concentração (%) de C, N, e H no esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio determinada por meio da Análise Elementar.....	59
TABELA 8- Composição química (%) do esmalte, dentina determinados neste trabalho.....	60
TABELA 9- Composição química (%) dos biomateriais determinados neste trabalho.....	61
TABELA 10- Composição (%) do esmalte e dentina considerados neste trabalho.....	77
TABELA 11- Composição (%) dos biomateriais a base de fosfato de cálcio considerados neste trabalho.....	77
TABELA 12- Coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental A e teórico (Win XCOM) do esmalte e da dentina para as energias de 25,8 a 46,2 keV.....	78
TABELA 13- Coeficiente de atenuação mássico experimental (B) e teórico determinados pelo programa WinXCOM do esmalte, dentina e dos biomateriais dentais submetidos à energia média de 33,71 a 34,83.....	82
TABELA 14- Coeficiente de atenuação mássico experimental (B) e teórico determinados pelo XCOM das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais submetidos à energia média de 40,67 a 42,75.....	83

TABELA 15- Coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental (B) e teórico determinados pelo XCOM das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais submetidos à energia média de 44,16 a 46,64 keV.....	85
TABELA 16- Valores calculados do expoente m para os processos de interação Incoerente na faixa de energia de 10 a 200 keV em esmalte, dentina e nos biomateriais dentais.....	87
TABELA 17- Valores calculados do expoente m para os processos de interação Coerente na faixa de energia de 10 a 200 keV no esmalte, dentina e nos biomateriais dentais.....	87
TABELA 18- Valores calculados do expoente m para os processos de interação fotoelétrica na faixa de energia de 10 a 200 keV no esmalte, dentina e nos biomateriais dentais.....	88
TABELA 19- Número atômico efetivo (Z_{eff}) para processos de interação parcial do esmalte e dentina (técnica 1 de separação).....	89
TABELA 20- Número atômico efetivo (Z_{eff}) para processos de interação parcial do esmalte e dentina (técnica 2 de separação).....	90
TABELA 21- Número atômico efetivo (Z_{eff}) para processos de interação parcial do biomaterial Bio-Oss® e Osteogen®.....	90
TABELA 22- Número atômico efetivo (Z_{eff}) para processos de interação parcial do Biomaterial Cerasorb® M Dental e Straumann® Boneceramic.....	91
TABELA 23- Coeficientes de atenuação mássico (μ/ρ) das amostras de esmalte, dentina calculados utilizando o programa WinXCOM (cm^2/g).....	93
TABELA 24- Coeficientes de atenuação mássico (μ/ρ) das amostras dos biomateriais a base de fosfato de cálcio calculados utilizando o programa WinXCOM (cm^2/g).....	93
TABELA 25- Contribuição da seção de choque total em esmalte, dentina (barns/átomo).....	94
TABELA 26- Contribuição da seção de choque total nos biomateriais a base de fosfato de cálcio (barns/átomo).....	95
TABELA 27- Número atômico efetivo total (Z_{eff}) do esmalte e dentina.....	95
TABELA 28- Número atômico efetivo total (Z_{eff}) dos biomateriais a base de fosfato de cálcio	96

TABELA 29- Diferença (%) entre o número atômico efetivo (Z_{eff}) do esmalte em relação ao o número atômico efetivo (Z_{eff}) dos biomaterias dentais- Bio-Oss®, Osteogen®, Straumann® Boneceramic e Cerasorb® M Denta determinados pelo programa WinXCOM.....99

TABELA 30- Número atômico efetivo (Z_{eff}) das amostras de esmalte e dentina determinado utilizando o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental.....100

TABELA 31- Números TC nas amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio obtidas por meio do exame de Tomografia Computadorizada.....105

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A-Número de massa

AE- Análise Elementar

AIEA- International Atomic energy Agency

ASTM- American Society for Testing and Materials

BCP- Fosfato de cálcio bifásico

CDTN- Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear

CNEN- Comissão Nacional de Energia Nuclear

CRCN- Centro Regional de Ciências Nucleares

CSR- Camada Semirredutora

DICOM- Digital Imaging and Communications in Medicine

DCT- Tomografia Computadorizada Dental

EDX- Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X

FOV- Field of View

HU- Unidades de Hounsfield

ICP/AES- Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado

ICRU- International Commission on Radiation Units and Measurements

INAA- Análise de Ativação Neutrônica

RQRs- Radiation Qualities in Radiodiagnostic

SEM- Microscopia Eletrônica de Varredura

TC- Tomografia Computadorizada

TCP- Tricálcio fosfato

UFPE- Universidade Federal de Pernambuco

XRD- Difração de Raios X

μ/ρ - Coeficiente de atenuação mássico

Z- Número atômico

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVOS	4
2.1 Objetivos gerais.....	4
2.2 Objetivos específicos.....	4
3 REVISÃO DE LITERATURA	5
3.1 Composição do esmalte e da dentina.....	5
3.2 Composição dos biomateriais a base de fosfato de cálcio.....	12
3.2.1 Hidroxiapatita de origem natural.....	16
3.2.2 Biomateriais de fosfato de cálcio sintéticos.....	17
3.3 Avaliação do coeficiente de atenuação mássico e do número atômico efetivo.....	20
3.4 Programa WinXCOM.....	28
3.5 Espectrometria de raios X.....	39
3.6 Números TC e Unidades de Hounsfield.....	31
4 MATERIAIS E MÉTODOS	34
4.1 Preparo das amostras de esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio a serem submetidas às técnicas analíticas.....	34
4.1.1 Amostras de esmalte e dentina.....	34
4.1.2 Biomateriais a base de fosfato de cálcio.....	34
4.2 Métodos de análises utilizados para a determinação da composição esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio.....	35
4.3. Preparo dos espécimes de esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio utilizados como atenuadores de raios X.....	39
4.4 Espectrometria de raios X.....	40
4.5 Obtenção da energia média.....	46

4.6 Avaliação da camada semirredutora (CSR).....	47
4.7 Determinação do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ).....	47
4.8 Determinação do número atômico efetivo parcial e total.....	49
4.9 Determinação da densidade dos tecidos dentais (esmalte e dentina) e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio.....	51
4.10 Determinação da densidade por meio do exame de tomografia computadorizada (Números TC).....	52
4.10.1 Descrição Técnica do equipamento de tomografia computadorizada.....	52
4.10.2 Procedimento Experimental.....	54
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	55
5.1 Resultados das análises das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais.....	55
5.2 Espectros de energia de raios X transmitido utilizando os espécimes de esmalte e dentina como atenuadores.....	69
5.3 Coeficientes de atenuação mássico (μ/ρ) experimental (A) e teórico (WinXCOM) das amostras de esmalte e dentina.....	76
5.4 Coeficientes de atenuação mássico (μ/ρ) experimental (B) e teórico (WinXCOM) das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio.....	82
5.5 Número atômico efetivo (Z_{eff}) parcial e total para os espécimes de esmalte, dentina e biomateriais de fosfato de cálcio.....	87
5.6 Resultados da avaliação das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais- Bio-Oss®, Osteogen®, Straumann® Bonoceramic e Cerasorb® M Dental- por meio de números TC.....	101
6. CONCLUSÕES.....	108
7. REFERÊNCIAS.....	110

1 INTRODUÇÃO

A aplicação radiológica para diagnóstico médico tem sido considerada imprescindível nas últimas décadas. Neste contexto o exame radiográfico tornou-se, então, a fonte de radiação ionizante artificial a qual o homem está mais exposto no seu ciclo de vida. Isto ocorre, em grande parte, devido ao desenvolvimento tecnológico dos equipamentos médicos, o acesso maior da população a estes exames e a divulgação das vantagens daquele como meio de diagnóstico mais confiável e assim poder-se conduzir a realização do tratamento de forma previsível. Observa-se atualmente, uma tendência mundial que relata uma grande preocupação com a melhoria da qualidade da imagem simultaneamente à redução da dose de radiação aos indivíduos envolvidos com a radiologia diagnóstica.

A constituição complexa do corpo humano leva à aquisição de uma quantidade enorme de informações com respeito aos seus processos estáticos e dinâmicos. A imagem compreende a maneira mais eficiente de percepção e interpretação deste grande número de dados que serão analisados por profissionais especializados e solicitados rotineiramente para exames diagnósticos e procedimentos terapêuticos.

O controle na administração da dose de radiação proveniente do exame radiográfico por meio de uma regulamentação atuante, educação e treinamento dos profissionais, técnicas adequadas, manutenção dos equipamentos e acessórios, dosimetria, controle de qualidade e níveis de referência é uma realidade (SERVOMAA, 1993, YAKOUMAKIS, 2001, JADA, 2006, ZENOBIO & SILVA, 2007; ZENOBIO *et al.*, 2010). A European Commission of Radiation Protection (2004) e a American Academy of Dental Radiology Quality Assurance Committee (1983) estabeleceram recomendações que preveem um controle regular de qualidade de todos os equipamentos radiográficos. Entretanto, é necessário investigar a confiabilidade das unidades radiográficas em relação às recomendações dos programas de controle de qualidade devido à idade e variedade dos equipamentos, técnicas antiquadas e inadequado processamento dos filmes.

Recentes avanços nos métodos de diagnóstico têm sido considerados extremamente interessantes para os clínicos, devido às novas técnicas que os levam a um diagnóstico mais conclusivo. Entretanto, o uso destas metodologias precisa ser compreendido no sentido do real valor da sensibilidade, especificidade e

predicabilidade do teste que está sendo aplicado. A determinação da validade do uso de um meio de diagnóstico na clínica odontológica se faz pela comprovação das características ideais que este deve possuir. À luz do desenvolvimento dos processos de diagnóstico, o aperfeiçoamento da sensibilidade do método radiográfico simultaneamente a um controle de qualidade simples e eficaz, corresponde hoje à expressão de maior evolução e eficiência dentro dessa área.

A qualidade da imagem radiográfica é usualmente quantificada em termos de resolução, contraste e ruído (VETTER & STRECKER, 2001). Estes parâmetros estão associados com as características do equipamento, do receptor de imagem e das diferentes propriedades dos tecidos avaliados. Para a elaboração de um modelo experimental e teórico no estudo da otimização do exame radiográfico o conhecimento das características dos tecidos avaliados (densidade, composição e coeficiente de atenuação) e do espectro de raios X destaca-se como os mais importantes (BALDELLI *et al.*, 2010).

Em estudos da interação de fótons de baixa energia com materiais biológicos a comparação das características da radiação em um tecido ou material equivalente consideram o coeficiente de atenuação mássico do fóton ou coeficiente de absorção de energia e o número atômico (KUMAR & REDDY, 1997). O coeficiente de atenuação mássico é de primordial importância no cálculo da densidade eletrônica e do número atômico efetivo do material (BRANDAL & SINGH, 1993-a-b, MORABAD & KERUR, 2010). Em exames de Tomografia Computadorizada (TC) o princípio de formação da imagem se baseia na irradiação, por um feixe de raios X, de um corte transversal do corpo humano, produzindo um mapa tridimensional em escala de níveis de cinza dos valores do coeficiente de atenuação linear através do tecido. Obtêm-se, assim, informações da densidade eletrônica e do número atômico efetivo dos tecidos.

Diversas investigações teóricas e experimentais baseadas na interação da radiação com a matéria, com específicas aplicações médicas e tecnológicas, apresentaram como objetivos a identificação, diagnóstico médico, a análise química e a dosimetria, utilizando materiais orgânicos e inorgânicos (EKINCI & ASTAM, 2007, KERUR *et al.*, 2009, MORABAD & KERUR, 2010; KUMAR & REDDY, 1997; PARTHASARADHI *et al.*, 1992; YANG *et al.*, 1987). Entretanto, não há relatos na literatura de estudos de

interação da radiação em baixas energias que envolvam a utilização de esmalte e dentina humana ou de biomateriais como material atenuador não sendo, então, possível estabelecer comparações entre os valores teóricos e experimentais. A determinação de um material substituto para o esmalte e dentina humana a partir da caracterização dosimétrica dos biomateriais avaliados será de primordial importância para a avaliação e controle da qualidade de imagem radiológica odontológica. Portanto, por meio da investigação do coeficiente de atenuação mássico e do número atômico efetivo no esmalte e dentina humana e nos biomateriais a base de fosfato de cálcio espera-se a obtenção de informações nos processos de interação da radiação com estes materiais biológicos e a determinação de parâmetros de comparação que permitam avaliar a imagem radiográfica odontológica.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos gerais

O objetivo deste estudo foi determinar as características dosimétricas do esmalte e da dentina humana e de biomateriais a base de fosfato de cálcio para que estes últimos possam ser utilizados como um tecido substituto para simular o esmalte e dentina na detecção da imagem de raios X diagnóstico.

2.2 Objetivos específicos

- 1- Determinação da composição do esmalte, dentina humana e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio – Bio-Oss®, Cerasorb® M Dental, Straumann® Boneceramic e Osteogen® - por meio da técnica de Análise de Ativação Neutrônica (INAA), Análise Elementar (AE), Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES) e Fluorescência de Raios X (EDX).
- 2- Medidas dos espectros de energia dos raios X transmitido empregando o esmalte e dentina humana e os biomateriais dentais – Bio-Oss®, Cerasorb® M Dental, Straumann® Boneceramic e Osteogen®- como atenuadores para as qualidades RQRs (radiation qualities in radiodiagnostic) da International Electrotechnical Commission (IEC).
- 3- Determinação e comparação entre o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) do esmalte, dentina humana e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio - Bio-Oss®, Cera-Sorb® M Dental, Straumann® Boneceramic e Osteogen®- utilizando o programa WinXCOM e o sistema espectrométrico composto pelo detector CdTe, empregando dois métodos para o seu cálculo.
- 4- Determinação e comparação do número atômico efetivo (Z_{eff}) do esmalte, dentina humana e o número atômico efetivo (Z_{eff}) dos biomateriais dentais - Bio-Oss®, Cerasorb® M Dental, Straumann® Boneceramic e Osteogen® utilizando o coeficiente de atenuação mássico determinado pelo programa WinXCOM e pelo sistema espectrométrico composto pelo detector CdTe.
- 5- Determinação e comparação da densidade mineral – Números de TC - por meio do exame de Tomografia Computadorizada do esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio - Bio-Oss®, Cerasorb® M Dental, Straumann® Boneceramic e Osteogen®.

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Composição do esmalte e da dentina

Os dentes exercem uma série de funções nos seres humanos como a mastigação, a promoção da fala e nos tempos modernos a estética. Para isso os dentes precisam ser duros e estar firmemente unidos aos ossos da maxila e da mandíbula.

Anatomicamente, o dente compõe-se de uma coroa e de uma raiz e a união entre as duas corresponde à margem cervical (FIG.1). Apesar dos dentes apresentarem variação na forma e tamanho sua estrutura histológica é semelhante.

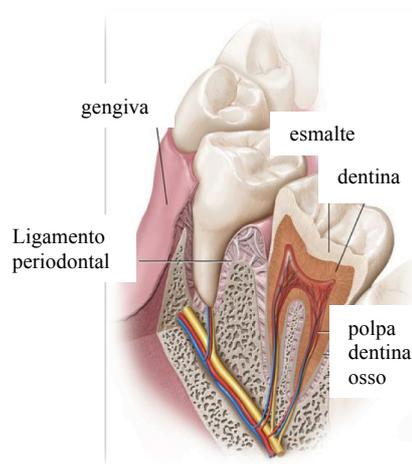


FIGURA 1- Anatomia dental (NANCI, 2008)

O dente compõe-se de dois tecidos duros, o esmalte acelular e a dentina de suporte, um tecido conjuntivo especializado cujas células formadoras estão na polpa, o que confere ao dente as propriedades de dureza e elasticidade (NANCI, 2008). O esmalte e a dentina apresentam composição diferente em termos de quantidade e tipo de fase orgânica presente, tipo de fase inorgânica, quantidade de água, concentração de elementos na fase inorgânica e tamanho dos cristais (LEGEROS, 1991).

O esmalte é a estrutura que envolve a coroa do dente e compreende 92 % de hidroxiapatita (EHA, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$), 6 % de água e 2 % de matéria orgânica. O esmalte é um composto mineral e a fase mineral consiste primariamente de sais fosfato de cálcio na forma de cristais hexagonais (0.6-0.9 μm de hidroxiapatita carbonatados) e defectivos dispersos em um gel orgânico aquoso (OKTAR, 2007;

AIEA, 2002). LEGEROS (1991) observou que o esmalte apresenta uma maior densidade que a dentina e que a fase mineral ou inorgânica apresenta uma concentração de 95 % em peso. Os cristais de apatita do esmalte são mais largos que os da dentina e esta diferença podem ser atribuídas às diferenças na natureza e composição das respectivas matrizes orgânicas ou devido à incorporação de carbonatos e ou magnésio. O esmalte apresenta menor solubilidade que a dentina e isto pode estar parcialmente relacionado à menor concentração de carbonato no esmalte (3,5 %) do que na dentina (5,7 %). A menor concentração de magnésio contribui sinergicamente com o carbonato para diminuir a solubilidade do esmalte. De acordo com WEATHERELL (1975) a concentração de qualquer íon no esmalte depende de sua concentração no meio ambiente durante o desenvolvimento do dente, quando os cristais estão formando, e em menor extensão, sua concentração na comida e água ingerida após a erupção do dente. Sua concentração também depende da taxa com a qual o íon é absorvido na superfície sendo influenciado por condições físicas do esmalte, seu grau de mineralização e o pH para a interface esmalte-meio ambiente. Esta relação é bem documentada com relação ao fluoreto.

O esmalte é o tecido mais estável do corpo humano sendo produzido por células epiteliais (ameloblastos) que se perdem após a formação completa do tecido. Após a sua formação e calcificação, o esmalte sofrerá mudanças por meio de ações químicas ou físicas do meio ambiente bucal, mas não pode se autorreparar ou regenerar. (AIEA, 2002). A presença de água no esmalte dental é importante para várias propriedades físico-químicas de sua estrutura. A permeabilidade, capacidade de troca de íons, elasticidade e reatividade do esmalte depende da quantidade de água que ele contém e que se apresenta na forma livre ou fortemente ligada (BONTE et al., 1988).

De acordo com LEGEROS (1991) a quantidade de água no esmalte é de 3 %. A água está parcialmente associada com os componentes orgânicos e com os cristais de apatita no esmalte e dentina, os quais têm papel significativo na dissolução e remineralização das apatitas e permitem a difusão e armazenamento dos íons envolvidos nestes processos.

MANLY *et al.* (1939) investigaram a densidade do esmalte, dentina e cimento utilizando o método de flotação centrífuga. A densidade do esmalte variou de 2,89 a 3,09 g/cm³ e na dentina variou de 2,0 a 2,3 g/cm³.

LEGEROS (1991) relatou que a dentina apresenta 20 a 30 % de componente orgânico, sendo que 90% da fase orgânica consiste principalmente de colágeno tipo 1 e 10 % de proteínas não colágenas. A fase inorgânica da dentina representa 70 %. Sua diferença em relação ao esmalte está na razão de peso do Ca:P, na razão molar e na maior concentração de elementos como carbonato, magnésio, sódio e cloreto. A razão molar de Ca/P na dentina é de aproximadamente 1,62. Entretanto, OKTAR (2007) divide a composição da dentina em 47 % de matéria inorgânica, 30 % de matéria orgânica e 23 % de água.

Segundo a Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA), 2002, a parte orgânica da dentina consiste de fibras colágenas dispostas em pequenos feixes ao redor e entre os prolongamentos odontoblásticos. Estas fibras são unidas e cimentadas pela substância fundamental amorfa de natureza glicoprotéica (lipídios, glicosaminoglicanas e compostos protéicos). De acordo com dados de difração de raios X a parte inorgânica consiste de hidroxiapatita. A mineralização da dentina compreende o resultado da cristalização dentro e entre as fibras colágenas. O tamanho da hidroxiapatita é de aproximadamente 0,04 µm. A dentina consiste de células especializadas chamadas odontoblastos cujos corpos estão arranjados na superfície pulpar da dentina. As extensões dos odontoblastos são chamadas de túbulos os quais atravessam a dentina e terminam na junção do esmalte ou cimento. A dentina continua a ser depositada durante a vida embora, após a erupção do dente este processo é mais lento. A dentina formada após a erupção é denominada de dentina secundária e é separada da dentina formada anteriormente por uma linha escura. Esta dentina secundária é mais bem observada em pré-molares e molares onde é depositada no assoalho e teto da câmara pulpar.

A polpa corresponde ao tecido conjuntivo frouxo (não mineralizado), ricamente vascularizado e enervado (AIEA, 2002). As funções da polpa são: formativa (produz a dentina que a circunda), nutritiva (nutre a dentina que a circunda), protetora (contém os nervos que dão sensibilidade à dentina) e reparadora (capaz de produzir nova dentina quando solicitada) (NANCI, 2008).

O padrão normal de distribuição dos elementos dos tecidos duros dos dentes deve ser determinado antes das mudanças da concentração destes, na dentina e esmalte cariados ou em outros estados patológicos.

LEGEROS (1991) observou que para comparações mais precisas da composição inorgânica do esmalte e dentina é recomendado remover todo o seu componente orgânico antes das análises, sem alterar a composição ou cristalinidade da fase mineral. As diferenças na concentração de elementos inorgânicos relatadas na literatura sugere-se ser devido às técnicas usadas para separação de esmalte e dentina que poderiam afetar a composição, já que a dentina apresenta maior componente orgânico, mais magnésio e carbonato quando comparado ao esmalte. Outros fatores que também poderiam afetar a comparação são a idade e doenças (lesões de cárie, osteoporose).

SOREMARK & SAMSAHL (1962) realizaram a análise por espectrometria gama dos elementos que compõem a dentina humana. Segundo estes autores, este método de análise é sensível e adequado para vários tipos de materiais biológicos. Foram analisados quinze dentes, pré-molares intactos e extraídos por razões ortodônticas. O método de separação da dentina coronal consistiu em separar o esmalte da dentina mecanicamente quebrando por meio de instrumentos cobertos de vidros e polietileno. As amostras foram secas em forno elétrico por 48 horas a 105° C. Após o período completo de irradiação, as amostras foram dissolvidas em NHCl contendo 0.3% de H₂O₂. O método de estudo apresentou boa reprodutibilidade e permitiu a análise de 11 elementos.

HOLAGER (1970) avaliou o esmalte e a dentina humana, particularmente a sua fase carbonatada, por meio da análise de termogravimetria. Segundo o autor este método é exato e rápido, e os componentes voláteis analisados podem ser qualificados e quantificados. Em adição à composição química podem-se obter, também, conclusões referentes à estrutura física do material.

Foram analisadas duas amostras de esmalte obtidas de dentes molares, pré-molares, caninos e incisivos de ambos os sexos. As três amostras de dentina foram obtidas de dentes pré-molares de indivíduos do sexo masculino. O esmalte e a dentina foram separados utilizando discos diamantados e posteriormente foram

pulverizados em um almofariz de aço. A termobalança forneceu um registro automático, contínuo do peso do material sólido durante a reação térmica. O exame da curva forneceu as conclusões referentes a quantidade e qualidade química e as propriedades estruturais dos materiais do dente.

Em 1972, HOLAGER investigou os resultados apresentados em seu estudo anterior, conduzindo um novo experimento utilizando um novo tipo de termobalanço e um fluxo de uma atmosfera (atm) de CO_2 durante a combustão. Pequenas quantidades de CaCO_3 e MgCO_3 foram introduzidas ao material dental como padrões adicionais.

Foi analisado o esmalte de nove terceiros molares (impactados ou parcialmente impactados) de pessoas de 18 a 22 anos de idade e ambos os sexos e analisada a dentina de sete molares utilizados no exame do esmalte. O método de separação da dentina e esmalte foi também realizado com discos diamantados. Neste estudo, o pó do esmalte e da dentina foi dividido em quatro partes de 800mg e 700mg, respectivamente e assim distribuídos: esmalte ou dentina pura; esmalte ou dentina com 2,7 % de CaCO_3 ; esmalte ou dentina com 2,7 % de MgCO_3 ; e esmalte ou dentina com 2,7 % de CaCO_3 e 2,7 % de MgCO_3 . Durante o experimento, o CO_2 (aproximadamente 250 ml/min) foi passado através do aparelho a uma pressão de 1atm. A temperatura foi aumentada de $2^\circ \text{C}/\text{min}$ e o peso registrado a cada 5min.

A termobalança forneceu resultados do material dos dentes que estão em concordância com experimentos anteriores, como água, água da cristalização, proteína e uma possível nova fase a 750°C . A quantidade de CO_2 para esta temperatura esteve presente como um duplo carbonato de cálcio e magnésio. O resto do total de CO_2 foi encontrado na apatita carbonatada. No esmalte e dentina pura, CaCO_3 (Calcite) e MgCO_3 não foram detectados. O limite de detecção foram 0,25 e 0,50 % em peso, respectivamente.

LAKAMAA & RYTÖMAA (1977) determinaram a concentração mineral do esmalte e da dentina humana de dentes decíduos e permanentes na Finlândia, com os seguintes objetivos: correlacionar cárie dental e traço de elementos no solo e água daquele país, medir a concentração de Fe e Cu essenciais à saúde humana e monitorar a presença de certos elementos prejudiciais à saúde que podem ser identificados no dente.

Os autores relataram a concentração de doze elementos na dentina e esmalte de dentes coletados de diferentes localidades da Finlândia. Foram analisados 129 dentes decíduos e permanentes de 101 crianças que moraram toda a vida na mesma região. Todos os dentes permanentes eram intactos e foram removidos por razões ortodônticas. As coroas foram separadas das raízes e pulverizadas em uma vasilha de ágata. O esmalte foi separado da dentina pelo método de flotação.

Os elementos Na, Cl, Al, Mn e Ca foram determinados por análise de ativação neutrônica, irradiadas por um fluxo de $1,2 \times 10^{12}$ neutrons(n) \times $\text{cm}^{-2} \times \text{s}^{-1}$ em um reator Triga Mark II (Otaniemi). A atividade foi medida com um detector Ortec Ge (Li) conectado a um analisador multicanal modelo 4410. O elemento P foi determinado de uma β -atividade de ^{32}P e utilizando um contador proporcional por 10 min. Primeiramente as amostras foram irradiadas por um fluxo de nêutrons, esfriadas por duas semanas, e posteriormente dissolvidas em uma concentração de HNO_3 e diluídas em água deionizada para a realização da contagem. O K, Mg, Zn, Cu e Fe foram determinados pelo método de absorção atômica (VarianTechtron AA-5) utilizando HNO_3 e diluição em água. O K, Mg e Zn foram determinados com chama e o Cu com a técnica de vapor frio. O F da dentina foi medido com um eletrodo específico de fluoreto Beckman colocado junto a um medidor de pH modelo 701 da Orion. O teste *t-student's* foi usado para avaliar as diferenças das concentrações dos elementos entre o esmalte e a dentina.

As concentrações dos elementos foram maiores no esmalte do que na dentina considerando o alto conteúdo orgânico da dentina e devido a pequenos componentes iônicos são incorporados à estrutura do cristal da apatita.

De acordo com SMITH *et al.* (1984) são poucos os esforços em separar os componentes dos dentes antes da análise. Um desses métodos é o de flotação bromofórmio-acetona, baseado na diferença de densidade dos vários componentes do dente. Outro método é a separação mecânica do esmalte e da dentina com discos diamantados e o terceiro método sugere a utilização de brocas dentais para seccionar o dente. Todos os métodos apresentam limitações e considerável risco de contaminação.

Os autores relataram um estudo para o desenvolvimento de um método de separação de esmalte e dentina de dentes humanos antes da análise de traços metálicos ou fluoretos, e assim, minimizar o risco de contaminação da amostra. Neste novo método são obtidas soluções que são lidas por análises imediatas. Vários dentes podem ser analisados simultaneamente e o tempo de trabalho pode ser inferior a uma hora. As análises das soluções são realizadas por um espectrômetro de emissão de plasma (ARL ICPQ-137) para doze elementos metálicos e boro e por um eletrodo de íons seletivos para fluoreto. Os dentes para análise eram intactos, livres de cárie e logo após a extração foram armazenados e limpos para as análises. Os reagentes utilizados foram ácido nítrico (0,6M) para a identificação de traços metálicos e determinação de fluoretos. Nos trabalhos preliminares, os raios X foram utilizados para verificar a remoção completa do esmalte. A maioria dos resultados apresentou valores menores do que observado em estudos anteriores, principalmente o potássio, sódio, ferro e boro. Diferenças no esmalte e dentina foram para magnésio, fluoreto e alumínio. O magnésio, fluoreto e alumínio apresentaram maior concentração na dentina do que no esmalte. Os elementos cromo e estrôncio apresentaram alta concentração no esmalte podendo ser devido à região em que foi realizada a pesquisa.

De acordo com os autores este estudo apresenta as questões associadas ao fluoreto ingerido da água ou dos materiais dentários; aos elementos como ferro, cobre, manganês, cromo, estrôncio e bário no esmalte e dentina e sua correlação com a região geográfica do estudo. O padrão normal de distribuição dos elementos dos tecidos duros dos dentes deve ser determinado antes das mudanças da concentração destes, na dentina e esmalte cariados ou em outros estados patológicos. Entretanto, a literatura nesta área é restrita.

ELFERSI *et al.* (2002) obtiveram a caracterização da dentina e de sua interação com ácidos. A dentina foi separada do esmalte com broca diamantada sob refrigeração a água. Análises termogravimétrica e diferencial térmica foram realizadas na amostra e os conteúdos de água, material orgânico e inorgânico foram determinados apresentando a concentração esperada em três diferentes picos de temperatura.

LOW *et al.* (2008) investigaram e compararam a variação na estrutura cristalina, composição, dureza e dano de contato no dente permanente e decíduo. Foram

analisadas lâminas de caninos obtidas com discos diamantados com 1,0mm de espessura por meio de difração de raios X, microscopia óptica e eletrônica. A difração avaliou a textura e composição das amostras e a microscopia óptica e eletrônica avaliou a topografia e microestrutura atômica. Os autores observaram que a hidroxiapatita é a fase dominante na composição do dente, ocorrendo mudanças graduais na desordem dos cristais, abundância das fases, tamanhos dos cristais e dureza no esmalte adulto e jovem, confirmando a classificação do dente humano. Há uma progressiva diminuição da dureza do esmalte para a dentina sendo esta carga-dependente no esmalte e carga-independente na dentina. A dureza do esmalte e dentina não depende do tempo e as fraturas se formam no esmalte não na dentina.

SOARES *et al.* (2008) e SAIKI *et al.* (2009) aplicaram a análise por ativação neutrônica em esmalte e dentina de dentes permanentes e decíduos para a determinação de Ca, Cl, Mg, Mn, Na, Sr e Zn. Os dois estudos separaram o esmalte e dentina mecanicamente com ferramentas apropriadas. SOARES *et al.* (2008) fizeram comparações entre os resultados obtidos dos dentes permanentes e decíduos e entre a composição elemental do esmalte e dentina. SAIKI *et al.* (2009) compararam a concentração do esmalte e dentina de dentes hígidos e cariados. Os autores observaram que significantes diferenças em vários elementos da dentina e esmalte: o Ca, Cl, Mn e Zn encontravam-se em maior concentração no esmalte de dentes permanentes e o Mg apresentou-se em maior concentração na dentina de dentes permanentes.

3.2 Composição dos biomateriais a base de fosfato de cálcio

Atualmente há uma grande busca pelo desenvolvimento de novos biomateriais para uso na área médica que têm como função a substituição de tecidos vivos perdidos ou danificados. A caracterização dos ossos e dentes por uma fase inorgânica na qual o fosfato de cálcio apresenta a concentração dominante levou os pesquisadores a desenvolverem biomateriais cuja composição química é similar a estes tecidos. Estes biomateriais passaram, então, a serem utilizados como substitutos de tecidos dentais e ósseos. Com o avanço da tecnologia dos substitutos ósseos cerâmicos, a sua aplicação tem considerável atenção devido a sua biocompatibilidade, bioatividade, baixa densidade, estabilidade química e resistência (DACULSI *et al.*, 2003; CRUZ *et al.*, 2007; KALITA *et al.*, 2007).

A utilização dos materiais a base de fosfato de cálcio em reparos ósseos iniciou-se com ALBEE, em 1920 (citado por LEGEROS et al., 2003), que relatou o primeiro sucesso da aplicação médica observando o estímulo de osteogênese em humanos. Após 60 anos, hidroxiapatita e β -tricálcio-fosfato se tornaram disponíveis no mercado como materiais substitutos ósseos para aplicações odontológicas e médicas, por meio dos esforços de JARCHO (1976) & DE-GROOT (1987) (citado por LEGEROS et al., 2003; KALITA et al., 2007). A primeira aplicação dental destes biomateriais em animais foi relatada em 1975. Em um curto espaço de tempo os biomateriais foram sendo utilizados na substituição de ossos de quadris, ossos de joelhos, tendões, ligamentos e fusão espinhal. Em odontologia, a sua aplicação ocorre em reparos de defeitos do osso alveolar em doenças periodontais, após exodontias e em estabilização de implantes metálicos, reconstrução maxilofacial, aumento e estabilização da mandíbula (LEGEROS, 1991, 2002; LEGEROS et al. 2003; KALITA, 2007).

Recentemente, a reposição da perda dental, objetivando a otimização da reabilitação bucal estética e funcional, vem apresentando mudanças no planejamento, nas técnicas e na escolha do biomateriais.

Baseados em sua composição, os biomateriais cerâmicos podem ser divididos em cerâmicas fosfato de cálcio, como por exemplo, a hidroxiapatita, o β - tricálcio-fosfato e a cerâmica fosfato de cálcio bifásica, materiais fosfato de cálcio obtidos de estruturas naturais como a hidroxiapatita coralina e a hidroxiapatita bovina e materiais a base de cerâmicas de vidro (LEGEROS, 2002; DACULSI, 2003, CRUZ, 2007) . Existem várias marcas comerciais e as diferenças entre elas são devidas a algumas propriedades, tais como a proporção cálcio/fosfato, cristalinidade, temperatura de sinterização e outras características físicas. Diferenças sutis nestes parâmetros podem ter um forte impacto nos resultados biológicos (LEGEROS, 2002; LEGEROS *et al.*, 2003).

Os materiais a base de cálcio fosfato disponíveis no Brasil e com adequada evidência científica são divididos em hidroxiapatitas aloplástica (Osteogen®) e xenógena (Bio-Oss®), beta fosfato tricálcio (Cerasorb® M Dental), Fosfato de cálcio bifásico (Straumann® Bone Ceramic).

Segundo GARBUZ *et al.* 1998, a síntese de hidroxiapatita e fosfato tricálcio é muito complexa pois estes materiais são facilmente hidrolizados em sistema aquoso e formam fases cuja composição dependem da temperatura e da introdução de reagentes. Devido à forte interação com o organismo é preciso observar a presença de impurezas nestes compostos. Os autores avaliaram a composição química de compostos de hidroxiapatita e fosfato tricálcio com o objetivo de observar a presença de impurezas nestas substâncias por meio de análises químicas que determinaram a composição de Ca e P e análise por emissão de espectro que avaliou a presença de Cd, As, Hg e Pb. Com os resultados foi possível, assim, avaliar que estes compostos estão de acordo com os padrões estabelecidos pela ASTM (*American Society for Testing and Materials*).

TADIC e EPPLE, 2004, realizaram a caracterização química e morfológica de materiais de cerâmicas de fosfato de cálcio sintéticas de diversas marcas comerciais. Os métodos de análise utilizados foram difração de raios X, espectroscopia infravermelho, análises termogravimétricas e microscopia eletrônica de varredura. Neste estudo, os materiais Cerasorb® M Dental e Bio-Oss® não apresentaram impurezas em sua composição. O Bio-Oss® exibiu uma alta cristalinidade e pequenas quantidades de carbonato incorporado semelhante às hidroxiapatitas sintéticas. Por meio da análise de termogravimetria observou-se no Bio-Oss® uma pequena perda de água mas não houve a detecção de nenhum outro material combustível. O material Cerasorb® M Dental não apresentou nenhuma perda de massa, indicando a ausência de material combustível. Todos os materiais analisados foram comparados com amostras de hidroxiapatitas sintéticas e de osso natural. A composição e morfologia destas cerâmicas de fosfato são muito diferentes das amostras de comparação apresentando vasta aplicação, desde a utilização como implantes permanentes a implantes biodegradáveis com potencial osteogênico.

MARKOVIC *et al.* (2004) determinaram a caracterização físico-química da hidroxiapatita por meio de análises químicas e térmicas, difração de raios X, infravermelho, espectroscopia Raman e microscopia. As análises químicas permitiram determinar a quantidade de Ca, P, água, sílica e estabelecer as propriedades físicas e químicas da hidroxiapatita que podem ser utilizadas como forma de comparação e validação em materiais sintéticos e naturais.

LACERDA *et al.* (2006) avaliaram a composição química, fases presentes, microestrutura, porosidade e estabilidade química e térmica de hidroxiapatita de cálcio comercial (Vetec Química Fina Ltda) e hidroxiapatita preparada em laboratório com o objetivo de utilização como fontes porosas radioativas biodegradáveis para tratamento de câncer pela técnica de braquiterapia. Os pós de hidroxiapatita foram compactados axialmente em uma prensa hidráulica (CIOLA) à pressão de 100 MPa. A caracterização dos pós e corpos cerâmicos foram determinados utilizando as técnicas de fluorescência de raios X, espectroscopia no infravermelho, análise térmica TG-DTA e microscopia de varredura. De acordo com os autores a hidroxiapatita sintética e comercial apresentam características para a aplicação proposta.

CRUZ *et al.* (2007) avaliaram a morfologia e composição química de amostras de osso bovino orgânico e inorgânico, hidroxiapatita bovina e osso humano desmineralizado por meio de microscopia eletrônica de varredura (SEM) e espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX). A análise química mostrou a presença de elementos como Ca, Na e P que se encontram normalmente no tecido ósseo, mas também apresentou elementos como S e Al. De acordo com os autores, apenas o osso bovino macro esponjoso (Gen-ox®) pode ser considerado um material orgânico puro. O Bio-Oss® e a hidroxiapatita bovina apresentaram elementos como Ca e P que são normalmente encontrados nos tecidos ósseos e também o elemento Al.

OOI *et al.* (2007) avaliaram as propriedades da hidroxiapatita porosa produzida pelo tratamento térmico de osso bovino entre 400° e 1200°C por meio de análises de térmicas (TG/DTA), microscopia eletrônica de varredura (SEM) difração de raios X (XRD), espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX), espectroscopia de infravermelho. Os autores concluíram que o tratamento térmico aumentou a cristalinidade da hidroxiapatita na matriz óssea particularmente quando aquecida a 700° C. Observou-se também, que não houve formação de fase secundária no osso aquecido entre 600° C e 1000° C, porém a decomposição de hidroxiapatita em β -tricalcário fosfato foi observado nas amostras tratadas a 1100° C e 1200° C. Acima de 600° C os compostos orgânicos foram removidos das matrizes e o osso bovino aquecido entre 800° C e 1000° C revelou características do osso natural com a rede de interligação de poros sendo retidas na estrutura.

TRAINI *et al.* 2008, realizaram uma avaliação histológica e da composição elemental de partículas de Bio-Oss® e osso adjacente humano a essas partículas em biópsias retiradas 20 meses após o procedimento cirúrgico para aumento do seio maxilar em 5 pacientes. As análises para avaliar a composição elemental foram realizadas por meio de microscopia eletrônica com espectroscopia de energia dispersiva de raios X e permitiram identificar a concentração de Ca e P no Bio-Oss® e no osso adjacente. A análise elemental mostrou uma variável e alta razão Ca/P nas partículas de Bio-Oss® comparada ao osso e altos níveis de Ca na interface do biomaterial com o osso, sugerindo que isto pode influenciar o processo de reabsorção.

3.2.1 Hidroxiapatita de origem natural

A hidroxiapatita de origem natural é derivada de espécies de coral ou do osso bovino. Estas hidroxiapatitas não são puras, mas contêm traços de elementos originalmente presentes no osso e no coral. Nas apatitas derivadas de coral, íons como F, Sr e CO₃, presentes no coral são incorporados na hidroxiapatita durante o preparo enquanto o Mg vem a ser incorporado no tri cálcio fosfato que se formou após a conversão hidrotérmica (LEGEROS, 2002).

A hidroxiapatita xenógena é usualmente de origem bovina devido à facilidade de obtenção, baixo custo, disponibilidade e excelentes propriedades osteocondutivas. Esta hidroxiapatita é disponível comercialmente em 3 tipos dependendo do método de preparo: 1- com matriz orgânica, não sinterizada; 2-sem matriz orgânica, não sinterizada (Bio-Oss, da Geistlich, Suíça); 3- sem matriz orgânica e sinterizada. O osso bovino apresenta uma composição orgânica (proteínas e colágeno) e inorgânica (hidroxiapatita e elementos sendo incorporados a sua estrutura como CO₃, Mg, Na). O osso mineral não sinterizado consiste de pequenos cristais de apatita enquanto o osso mineral sinterizado consiste de cristais de apatita largos sem CO₃ quando sinterizado acima de 1000° C (LEGEROS, 2002).

Recentemente, o tratamento térmico tem sido sugerido como uma alternativa para se obter osso bovino livre de proteínas. A composição da fase cristalina do osso sinterizado é semelhante ao osso natural que apresenta 93 % de hidroxiapatita e 7 % de β-tricálcio fosfato. O osso bovino tratado termicamente tem uma estrutura de

poros interligados e isto permite um crescimento ósseo mais rápido (OOI et al., 2007; TRAINI et al., 2008).

Bio-Oss® (Biomaterials Geistlich, Switzerland) é um substituto ósseo natural obtido a partir da parte mineral do osso bovino. A boa regeneração óssea com Bio-Oss® deve-se, segundo o produtor, à sua extraordinária semelhança ao osso humano sendo integrado no processo natural de modelação e remodelação. A estrutura fortemente porosa do Bio-Oss® oferece muito espaço para a proliferação dos vasos sanguíneos (angiogênese) e a formação de osso novo (osteogênese). A microestrutura da superfície do Bio-Oss® favorece o crescimento ideal dos osteoblastos responsáveis pela formação dos ossos tornando-o parte integrante da estrutura óssea que se está em formação. Devido ao fato do Bio-Oss® se transformar lentamente em osso natural (remodelação), a estrutura estabiliza-se e o volume de regeneração pode ser preservado a longo prazo. Todo o componente orgânico do Bio-Oss® é removido por um processo de aquecimento (acima de 300° C), seguido por um tratamento químico por meio de hidróxido de Cálcio (NA(OH)) que leva a formação de poros na hidroxiapatita bovina. O tamanho das partículas do granulado é de 0.25-2 mm. Este material é utilizado principalmente em cirurgias dentais (TADIC e EPPLE, 2004).

3.2.2 Biomateriais de fosfato de cálcio sintéticos

As hidroxiapatitas sintéticas comercialmente disponíveis são classificadas de acordo com a sua composição como hidroxiapatita pura, apatita não sinterizada ou apatita deficiente de cálcio, Beta tri cálcio fosfato, fosfato de cálcio bifásico. As hidroxiapatitas sintéticas apresentam composição, propriedades físico-químicas, tamanho dos cristais e morfologia extremamente sensíveis às condições de preparo. Além disso, a incorporação de vários íons como traços de impurezas são difíceis de se prevenir nos procedimentos de preparo das hidroxiapatitas (MARKOVIC et al., 2004).

A hidroxiapatita é umas das principais cerâmicas usadas em aplicações clínicas, visando à regeneração óssea e dentária devido a sua excelente biocompatibilidade, ausência de toxicidade e similaridade com a composição química da fase mineral dos tecidos calcificados. É o principal componente inorgânico do osso dos

vertebrados e também encontrada na dentina e no esmalte dental tendo larga aplicação na medicina e ortopedia. A hidroxiapatita faz parte de um grupo de minerais chamados apatitas e possui fórmula química $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ (LEGEROS, 2001). A estrutura da hidroxiapatita apesar de ser conhecida desde 1926, só foi esclarecida em 1964, quando as posições dos íons de hidrogênio foram identificadas através da difração de raios X e de análise química (LEGEROS, 1991). O caráter iônico da hidroxiapatita determina uma cerâmica dura, refratária, com ponto de fusão maior que 1500°C . Este caráter iônico lhe proporciona a capacidade da substituição parcial ou completa de íons da rede por outros de tamanho similar e lhe proporciona sua propriedade de insolubilidade. A relação ideal Ca/P é 10:6 (1,6667), sua densidade calculada é de $3,2 \text{ g/cm}^3$ e suas propriedades mecânicas variam de acordo com o processo de manufatura (LEGEROS, 2002, KALITA et al., 2007). De acordo com as normas americanas determinadas pela ASTM os materiais a base de hidroxiapatita e tricalciofosfato deverão conter 95 % de substância principal enquanto que as concentrações de As, Cd, Hg, Pb não podem exceder 3, 5, 30 ppm, respectivamente (ASTM F1185-03,2009; ASTM F1088-04a, 2010).

A apatita deficiente de cálcio é preparada ou por precipitação a temperaturas de 25°C a 100°C ou por hidrólise de fosfato de cálcio amorfo, fosfato de cálcio diidratado, alfa tricálcio fosfato (LEGEROS, 2002). O OsteoGen[®], é uma apatita não sinterizada, disponível comercialmente e denominada como hidroxiapatita reabsorvível. O OsteoGen[®] é indicado para a remodelagem ou incremento de irregularidades no rebordo alveolar; suporte ou preenchimento de alvéolos dentais ou lojas císticas decorrentes de extrações dentais; preenchimento ou reparo de defeitos ósseos marginais, periapicais ou periodontais. OsteoGen[®] é uma forma não cerâmica de hidroxiapatita obtida sinteticamente, sendo reabsorvível pelo organismo humano. É um material altamente cristalino, comparável ao tecido ósseo sem apresentar tricálcio-fosfato, fases amorfas ou piro-fosfatases inibidoras do crescimento ósseo. Pelo fato de suas partículas constituírem-se de cristais não cerâmicos, o OsteoGen[®] é altamente hidrofílico: uma consistência “arenosa” é facilmente atingida através do acréscimo de solução salina ou com sangue do próprio paciente. O controle do sangramento excessivo é necessário para obtenção de melhores resultados. A composição química e a micro-topografia dos cristais de OsteoGen[®] viabilizam os mecanismos de osseocondução durante a reparação óssea, na medida em que

oferecem uma matriz lentamente reabsorvível que permite a infiltração das células de formação óssea e o referido processo ósseo condutivo (Intra-Lock® System, 2012).

O tricálcio fosfato (TCP) é uma cerâmica termodinamicamente ativa, somente estável a elevadas temperaturas (100-1500°C). Ela se apresenta em duas formas distintas: β -TCP e α -TCP. O β -TCP se transforma em α -TCP à temperatura de 1200° C. Há pouco interesse no campo da biomedicina com relação ao α -TCP, pois ele é facilmente reabsorvível o que limita a sua utilização. O β -TCP, também conhecido como β -whitoclita por ser lentamente biodegradável apresenta maior aplicação biomédica. O método convencional para produção β -TCP consiste dos processos de estado sólido e o método de química por via úmida e a calcinação a 700-800°C para que seja transformado em β -TCP. A relação ideal Ca/P é 3:2 (1,5) e sua densidade calculada é de 3,07 g/cm³.

O Cerasorb® M Dental é uma cerâmica β -TCP que consiste unicamente de cálcio e fosfato na proporção de 1:5 e tem sido amplamente utilizado como material de enxerto em diversos sítios anatômicos. O Cerasorb® M Dental é um produto relativamente novo no mercado e tem como características: a multiporosidade aberta e interconectada com micro, meso e macro poros (5 μ m- 500 μ m); porosidade total de 65 %; estrutura granular poligonal e reabsorção completa simultânea à nova formação óssea. Segundo informações do fabricante, as características dos grânulos do material apresentam elevada aspereza o que contribui de forma significativa para a invasão por células osteoblásticas e fluidos teciduais, acelerando o processo de ossificação. Este material para aplicação dental é apresentado na forma de um granulado poroso (poro > 5 μ m) cujo tamanho das partículas variam de 0.05-2 mm (TADIC e APPLE, 2004).

Com o objetivo de se obter um melhor arcabouço para o ganho de volume ósseo e conseqüentemente, um melhor desempenho do que a hidroxiapatita e o β -TCP isolados, foram desenvolvidas cerâmicas de fosfato de cálcio bifásico (BCP), que consistem de uma mistura de 80 % de hidroxiapatita e 20% β -TCP (LEGEROS *et al.* 2003; DACULSI *et al.* 2003). O conceito fosfato de cálcio bifásico é baseado no ótimo equilíbrio entre a fase mais estável (hidroxiapatita) e a mais solúvel (β -TCP). As cerâmicas fosfato de cálcio bifásico são gradualmente dissolvidas in vivo,

contribuindo para a nova formação óssea, à medida que liberam íons cálcio e fosfato no microambiente (LEGEROS *et al.*, 2003; DACULSI *et al.*, 2003). As cerâmicas de fosfato de cálcio bifásico são sinterizadas à temperatura de 700° C e a deficiência de cálcio ($Ca/P < 1.67$) irá depender do método de preparação (precipitação, hidrólise ou mistura mecânica), do pH da reação e da temperatura na preparação das apatitas não sinterizadas. A deficiência de cálcio determina a razão da hidroxiapatita e β -tricálcio-fosfato nas cerâmicas de fosfato de cálcio bifásico. A principal característica das cerâmicas de fosfato de cálcio bifásico é sua habilidade em formar uma forte ligação com o osso criando uma interface biológica do material com fibras nesta interface (DALCULSI *et al.*, 2003; LEGEROS *et al.*, 2003). As cerâmicas fosfato de cálcio bifásico comercialmente disponíveis para aplicações médicas e odontológicas se apresentam na forma de grânulos, blocos, cunhas e cilindros (LEGEROS, 2003).

Straumann® Boneceramic é uma cerâmica fosfato de cálcio bifásico disponível em grânulos e composta por 60 % de hidroxiapatita (100 % cristalina) e 40 % de β -tricálcio fosfato sinterizado a temperaturas entre 1100 e 1500°C. Ele é 90 % poroso, com poros interconectados de 100-500 microns de diâmetro. Sua composição é similar ao osso mineral e apresenta potencial osteocondutivo. Segundo informações do fabricante, Straumann® Boneceramic funciona como uma estrutura de suporte para a adesão de osso durante o processo de osteogênese. A manutenção do volume do enxerto é mantida graças à lenta reabsorção da hidroxiapatita, que impede o excesso de reabsorção. Ainda segundo o fabricante, ao contrário do que sucede com outros fosfatos de cálcio bifásicos, Straumann® Bone Ceramic não é uma mera mistura de hidroxiapatita e TCP, sendo um composto sintetizado quimicamente, a fim de assegurar uma distribuição homogênea das duas fases (Straumann, 2008).

3.3 Avaliação do coeficiente de atenuação mássico e do número atômico efetivo

A introdução dos raios X para uso clínico, no fim do século XIX, e o desenvolvimento tecnológico que permitiu o aparecimento de um grande número de equipamentos e técnicas de diagnóstico levaram os pesquisadores a investigar a reprodução dos efeitos da radiação no tecido do corpo humano. Qualquer material utilizado para

simular um determinado tecido do corpo na investigação da interação da radiação e de grandezas dosimétricas neste tecido do corpo é chamado de tecido substituto (ICRU 44, 1989). Este material deverá simular para um dado material biológico e de acordo com a irradiação aplicada propriedades de absorção e espalhamento semelhantes a este tecido (WHITE, 1978; KUMAR & REDDY, 1997; SERVOMAA, 1993).

O desenvolvimento de tecidos substitutos, segundo WHITE (1978) pode ser historicamente dividido em duas fases. A primeira fase, pré-1940, é representada por estudos experimentais utilizando água ou cera. No final deste período, a maioria das abordagens analíticas evoluiu e o conceito de adição de compostos em cera com o objetivo de melhorar suas propriedades de atenuação é introduzido. Durante segunda fase, pós 1940, muitas misturas de líquidos e sólidos são introduzidas como substitutos para tecidos biológicos e outros meios. Esta fase caracteriza-se pelo melhoramento gradual na formulação de materiais e o uso do Z_{eff} pelos pesquisadores, na maioria dos procedimentos de formulação.

Com o objetivo de comparar as interações das radiações comum tecido com material substituto devem-se observar as seguintes grandezas físicas como coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ), poder de freamento mássico do elétron (S/ρ), coeficiente de absorção mássico de energia (μ_{en}/ρ), poder de espalhamento angular de massa do elétron ($\theta^{-2}/\rho l$) e densidade de massa (ρ).

Quatro técnicas são aplicadas para elaboração de materiais substitutos: Método de Equivalência Elementar; Método do Número Atômico Efetivo; Método Estendido Y e Método de Dados Básicos.

No Método de Equivalência Elementar as misturas de materiais são feitas de maneira que o material que está sendo simulado tenha a mesma composição química daquele material a ser utilizado como substituto. Este método foi desenvolvido por ROSSI & FAILLA (1956, citado por WHITE, 1978), quando eles misturaram água, uréia, glicerina e sacarose com o objetivo de reproduzir a fórmula para tecido mole ($\text{C}_4\text{H}_{40}\text{O}_{18}\text{N}$). Este método é aplicável principalmente para nêutrons cujas interações são fortemente dependentes da concentração de hidrogênio e às vezes de nitrogênio. Outra variação do método de Equivalência Elementar foi

desenvolvido por SHONKA *et al.* (1958, citado por WHITE, 1978) na produção de uma série de plásticos condutores de eletricidade. Para líquidos e géis, o método de Equivalência Elementar é razoavelmente simples, mas para sólidos, devido ao baixo conteúdo de oxigênio em muitos polímeros e resinas comparado à maioria dos tecidos, uma exata replicação de todos os elementos não é possível e frequentemente os elementos de carbono e oxigênio são considerados instáveis. Este método representa menos de 10 % de todos os tecidos substitutos publicados e tem sido aplicado para sistemas líquidos (WHITE, 1978).

O Número Atômico Efetivo é o parâmetro mais frequentemente utilizado em estudos dosimétricos para caracterizar as interações dos fótons em tecidos humanos, onde um único número individual é calculado ou medido, o qual é usado para caracterizar as magnitudes das interações que provavelmente ocorrem (WHITE, 1978).

HINE (1952) relatou que o número atômico efetivo de um material composto de vários elementos não pode ser expresso por um simples número. Para cada um dos diferentes processos pelos quais os raios gama podem interagir com a matéria, os vários números atômicos do material têm de ter sido ponderado diferentemente.

De acordo com KUMAR & REDDY (1997) para se comparar as características de um tecido e do material equivalente do tecido deve-se considerar o coeficiente de atenuação mássico e o coeficiente de absorção de energia ou o número atômico efetivo.

A avaliação do número atômico efetivo de uma mistura/composto envolve a estimativa da seção de choque e a definição do elemento equivalente que tenha a mesma seção de choque para aquele valor de energia. Como existem disponíveis dados precisos das seções de choque fotoelétricas bem como das seções de choque de espalhamento de elementos individuais é possível gerar números atômicos efetivos com precisão de aproximadamente 1 %. Estas investigações foram realizadas por PARTHASARADHI *et al.* (1992), RAO *et al.* (1985) e YANG *et al.* (1987) nas faixas de baixa energia e PARTHASARADHI (1989) em faixas de alta energia.

Os estudos das interações de fótons de baixa energia com amostras biológicas são importantes no campo do diagnóstico radiológico e medicina nuclear, mas poucos

dados se encontram disponíveis nesta faixa de energia principalmente com compostos orgânicos. Para fótons de baixa energia (<1.02 MeV) três processos parciais contribuem para a interação total. São eles: espalhamento coerente, espalhamento incoerente e efeito fotoelétrico (RAO et al., 1985).

WHITE (1977) realizou uma análise da dependência das interações de fótons e elétrons com o número atômico. Em especial, para caracterizar os processos fotoelétricos em tecidos e materiais substitutos, é necessário o conhecimento desta relação. As seções de choque por átomo são diretamente proporcionais ao número atômico elevado a potência m , onde m depende do tipo de processo considerado. Neste estudo, os cálculos dos expoentes m baseados nas seções de choque por átomo indicaram forte dependência destes com a energia e o grupamento elemental avaliado. A influência da composição dos tecidos é apresentada mais claramente quando são considerados os fatores de peso de cada elemento. Observou-se, então, que o expoente m depende do cálculo e também da faixa de elementos selecionados.

Segundo RAO *et al.* (1985) para se determinar o número atômico efetivo em qualquer material composto a seção de choque no material deve ser conhecida. Estes autores determinaram e compararam o número atômico efetivo diretamente da interação total e por meio de processos parciais em materiais biológicos como osso, água, músculo, gordura, fígado e baço. Utilizando a regra de aditividade (regra de Bragg) foi obtido o coeficiente de atenuação mássico que é convertido na seção de choque por átomo e assim determinou-se o número atômico equivalente. RAO *et al.* (1985) concluíram a necessidade de medidas sistemáticas dos coeficientes de atenuação de fótons em amostras biológicas devido a certos desvios existentes entre os dados obtidos e os dados experimentais em energia de 60keV. Observaram também a necessidade de medir o coeficiente de atenuação mássico simultaneamente medindo a densidade da amostra, pois se encontram disponíveis somente medidas de coeficiente de atenuação linear. Devido à rápida diminuição do número atômico efetivo com o aumento da energia é necessário levar em consideração o fato de que as radiações utilizadas em diagnóstico radiológico e medicina nuclear não são monoenergéticas.

YANG *et al.* (1987) determinaram o número atômico efetivo de tecidos humanos por meio de processos de interação total. Os autores calcularam o coeficiente de atenuação mássico, o número total de elétrons por grama do tecido e posteriormente, a seção de choque por elétron do tecido. O número atômico efetivo foi determinado através do gráfico da seção de choque por elétron versus o número atômico dos elementos constituintes do composto em energias que variaram de 10 a 200 keV. O número atômico efetivo definido por meio de processos de interação total e utilizando da seção de choque por elétron do tecido e as seções de choque de absorção de energia apresentaram uma menor variação em relação à energia enquanto que para processos parciais a variação do número atômico efetivo foi maior.

PARTHASARADHI (1989) avaliaram o número atômico efetivo de materiais biológicos como osso, músculo, fígado, baço, mucina e água na faixa de energia de 1 a 50 MeV para fótons, elétrons e íons de He. Para a avaliação do coeficiente de atenuação mássico nos compostos foi utilizada a regra de aditividade. O erro máximo para a determinação do número atômico efetivo foi menor do que 0,2 %. Observou-se que, para os íons He o número atômico permaneceu aproximadamente constante na faixa de energia de 1 a 50 MeV, enquanto que para fótons e elétrons o número atômico aumentou com a energia, demonstrando relativa dominância dos processos de interação parciais e sua dependência com o número atômico. Outro fator observado pelos autores refere-se à ligação química dos elementos e a sua negligência pela regra de aditividade (regra de Bragg) além de sua significativa importância em compostos na faixa de alta energia, demonstrando a necessidade de estudos experimentais.

BHANDAL & SINGH (1993a-b) calcularam o coeficiente de atenuação mássico e o número atômico efetivo de diferentes tipos de cimentos (exemplo: alumina, branco, Portland) e de sete amostras biológicas (exemplo: hemoglobina, células, osso, músculo) em processos de interação parciais e total de fótons na faixa de energia de 0.001 a 100 MeV de acordo com a metodologia apresentada por PARTHASARADHI, 1989. Os autores mostraram que as variações do coeficiente de atenuação mássico e do número atômico efetivo nos processos de interação parcial e total nas diferentes faixas de energia apresentaram comportamento semelhante e estão relacionados à composição dos materiais e à dependência e dominância destes

processos de interação em relação ao número atômico. No caso de amostras biológicas, confirmou-se a dependência do número atômico efetivo em relação ao número de elementos e à faixa de números atômicos presentes na amostra, explicando a diferença entre as amostras avaliadas.

Em 1992, PARTHASARADHI *et al.* realizaram uma investigação teórica e experimental dos coeficientes de atenuação e número atômico efetivo em tecidos biológicos equivalentes de acordo com a metodologia descrita por RAO *et al.* (1985) e PARTHASARADHI (1989) e utilizando fontes de energia de raios X variáveis para 13,37; 17,44; 22,10; 32,06 e 44,23 keV, as quais correspondem às médias dos raios X característicos $K_{\alpha 1}$ e $K_{\alpha 2}$ produzidos pelo Rb, Ag, Ba e Tb respectivamente. Os coeficientes de atenuação foram medidos em quatro compostos de tecidos equivalentes (persplex, polietileno, policarbonato e teflon) com espessuras que variaram de 0,5mm a 1cm utilizando um detector de Germânico Hiperpuro (HPGe). O erro nas medidas variou entre 1 e 2%. Para baixas energias demonstrou-se a forte dependência do efeito fotoelétrico em relação ao número atômico e sua predominância sobre os outros processos de interação parciais, observando-se a diminuição do número atômico efetivo com o aumento da energia.

KUMAR & REDDY (1997) calcularam o número atômico de 48 materiais biológicos de interesse dosimétrico na faixa de energia de 1keV a 20 MeV. A variação do número atômico efetivo com a energia foi mostrada graficamente. O procedimento de cálculo foi o mesmo sugerido por RAO *et al.* (1985), PARTHASARADHI (1989) e PARTHASARADHI *et al.* (1992). Como o coeficiente de atenuação dos elementos não variou uniformemente com o número atômico foi utilizada a interpolação da seção de choque dos elementos versus o número atômico. Observou-se que, o número atômico efetivo apresentou variação em relação à faixa de energia avaliada, à região de energia abaixo da camada K em materiais com elementos de alto número atômico e à variação do número atômico dos elementos dos quais o material é constituído.

KOÇ & OZYL (2000) determinaram o número atômico efetivo para processos de interação parcial e total de 11 amostras biológicas na faixa de energia de 10 a 150 keV. As seções de choque parciais para cada elemento foram determinadas utilizando o programa XCOM e similar à metodologia de YANG *et al.* (1987) utilizou-

se a seção de choque por elétron no composto para a determinação do número atômico efetivo parcial e total. A variação do número atômico efetivo em processos parciais está relacionada com a faixa de energia observada enquanto que, em interação total o número atômico efetivo permaneceu relativamente constante variando com a energia em 3 %. As diferenças observadas mostraram-se dependentes dos elementos constituintes das amostras biológicas avaliadas, sua fração em peso e método de interpolação utilizado. Os autores concluíram que o número atômico efetivo depende do tipo de interação avaliada e os valores de cada tipo de interação apresentam diferentes resultados de acordo com a seção de choque utilizada.

SHIVARAMU *et al.* (2001) e SHIVARAMU (2002) avaliaram número atômico efetivo de absorção de energia e o número atômico efetivo de interação de fótons em substâncias de interesse dosimétrico e de baixo número atômico na faixa de energia de 1keV a 20MeV e compararam com o número atômico efetivo definido pelo programa XMUDAT. Experimentalmente, SHIVARAMU *et al.* (2001) avaliaram o número atômico efetivo de interação de fótons para algumas substâncias nas energias de 26,34, 33,2 e 59,54 keV, utilizando uma fonte de ^{241}Am . Os feixes de raios X foram registrados em um detector de germânio hiper-puro. Os atenuadores foram preparados com substâncias puras de alanina, bakelite e perspex. Houve uma boa concordância entre os dados teóricos e experimentais. Em geral, a incerteza total baseada em contagens estatísticas, subtração do background e espalhamento foi da ordem de 2 %.

KERUR *et al.* (2009) avaliaram o coeficiente de atenuação mássico para monossacarídeos e dissacarídeos na faixa de energia de 8.136 a 32.890 keV. A metodologia para a determinação do coeficiente de atenuação mássico experimental e teórico foi semelhante à descrita por SHIVARAMU *et al.* (2001). Os valores experimentais foram comparados com aqueles obtidos utilizando o programa WinXCOM correspondentes aos valores referentes à energia média dos raios X. Os valores do coeficiente de atenuação mássico experimental apresentaram concordância com os valores teóricos para alta energia, mas para baixas energias eles diferiram em 5 %, observando a necessidade de novas medidas envolvendo amostras biológicas.

OZDEMIR & KURUDIREK (2009) investigaram os parâmetros da interação de fótons em termos do coeficiente de atenuação de massa, número atômico efetivo e densidade eletrônica efetiva em 31 compostos para energia de 59 keV. A metodologia para a determinação do coeficiente de atenuação mássico experimental e teórico foi semelhante à descrita por SHIVARAMU *et al.* (2001) e KERUR *et al.* (2009). O erro máximo do coeficiente de atenuação mássico foi obtido dos erros da intensidade incidente (I_0) e transmitida (I) e densidade de área e apresentou-se menor que 5 %. Os autores observaram a concordância entre os valores teóricos e experimentais do coeficiente de atenuação mássico indicando a aplicabilidade da regra da mistura para estes compostos e observando uma tendência do coeficiente de atenuação mássico ser maior em compostos de alto número atômico. O número atômico efetivo apresentou dependência em relação à faixa de número atômico dos elementos presentes nos compostos aumentando com a presença de elementos de alto número atômico neste composto. A densidade efetiva eletrônica não apresentou esta tendência, sendo a variação muito suave entre os valores experimentais e teóricos.

MORABAD & KERUR (2010) mediram o coeficiente de atenuação mássico de folhas de plantas medicinais indianas coletadas em diferentes lugares, utilizando metodologia descrita por SHIVARAMU *et al.* (2001), KERUR *et al.* (2009) e OZDEMIR & KURUDIREK (2009). Para a determinação do coeficiente de atenuação mássico experimental utilizou-se uma fonte de ^{241}Am a qual produziu fontes de raios X na faixa de energia de 8 a 32 keV de alvos de Cu, Rb, Mo, Ag e Ba. O feixe de raios X passa primeiro através de um colimador, depois incide nos espécimes em forma de finas pastilhas e atinge o detector de NAI(Tl). O espectro de raios X é registrado por um computador (Oxford model PCA P-plus) acoplado a um analisador multicanal (OXWIN MCA). A intensidade transmitida foi obtida levando em conta a área sobre o foto pico do espectro transmitido. A inclinação da curva do logaritmo da intensidade transmitida versus a espessura dos espécimes avaliados determinou o μ/ρ . O coeficiente de atenuação mássico teórico foi determinado utilizando as porcentagens dos componentes químicos das amostras. As diferenças entre os valores experimentais e teóricos foram entre 3 e 16 %. Observou-se que um dos fatores que determinaram esta diferença compreende a dificuldade em se obter a composição química das amostras. A variação linear do coeficiente de atenuação

mássico em relação à energia mostrou que as amostras não apresentam elementos cuja energia de ligação da camada K não está próximo da energia do fóton incidente.

3.4 Programa WinXCOM

Para o cálculo do número atômico efetivo de tecidos biológicos e materiais equivalentes observou-se que é necessário conhecer as relações entre as seções de choque e os números atômicos dos elementos constituintes do material (WHITE, 1978). Os dados das seções de choque de elementos individuais e de um limitado número de compostos e misturas estão disponíveis em tabelas por meio de estudos apresentados ao longo dos anos (WHITE, 1977; YANG *et al.*, 1987; NIST XCOM, 2011) cujos dados são apresentados na literatura (MANOHA e HANAGODIMATH, 2008; KUMAR & REDDY, 1997; PARTHASARADHI *et al.*, 1992; YANG *et al.*, 1987).

Com o objetivo de se evitar a utilização da interpolação de valores tabulados e utilizando a regra da aditividade (regra de Bragg), BERGER & HUBBELL (1968, citado por GERWARD, 2004) desenvolveram o programa XCOM para calcular o coeficiente de atenuação mássico, ou seção de choque de interação de fótons para qualquer elemento, composto ou mistura na faixa energia de 1 keV a 100 GeV. O XCOM foi transformado para a plataforma Windows em 2001. Esta versão é chamada WinXCOM e fornece recursos para a definição de substâncias que são salvas em uma lista pré definida dos cem primeiros elementos da tabela periódica ($Z=1-100$) e que podem ser utilizadas para a definição de compostos ou misturas (GERWARD, 2004). Os dados são fornecidos de duas maneiras: tabelas em formato próximo àquelas existentes na literatura e exibição de gráficos dos dados tabulares. O programa calcula as seções de choque total, os coeficientes de atenuação e as seções de choque parcial para os seguintes processos: espalhamento incoerente, espalhamento coerente, absorção fotoelétrica e produção de pares. Para compostos, as grandezas calculadas são de atenuação parcial e total. Os coeficientes de atenuação total sem a contribuição do espalhamento coerente são também fornecidos (GERWARD, 2004; NIST XCOM, 2011).

Os coeficientes de interação e coeficientes de atenuação total para compostos são obtidos pela soma das quantidades correspondentes dos constituintes atômicos. Os

fatores de peso, que é a fração por peso dos elementos constituintes do composto, são calculados pelo WinXCOM por meio da fórmula química fornecida pelo usuário. Para misturas, entretanto, o usuário deve fornecer a fração em peso dos vários componentes.

O programa WinXCOM apresenta algumas limitações. As seções de choque dos elementos pertencem a átomos neutros isolados, e não são levados em consideração os efeitos de estado físico ou fase que modificam as seções de choque, especialmente nas proximidades das bordas dos picos de absorção. O programa não calcula coeficientes de absorção de energia que representam a conversão da energia do fóton para energia cinética do Compton secundário, fóton, e produção de pares de elétrons (NIST XCOM, 2011).

3.5 Espectrometria de raios X

O aumento das aplicações radiológicas para diagnóstico requer a adoção de programas de garantia da qualidade (QA) e controle de qualidade (QC). O conhecimento dos espectros de raios X é uma ferramenta relevante para avaliar o desempenho necessário de sistemas radiográficos (Maeda *et al.*, 2005).

Os principais parâmetros que devem ser verificados são a qualidade do feixe de radiação, a tensão aplicada ao tubo, as energias médias e a camada semiredurora (CSR). A probabilidade de interação em cada material do sistema de imagem radiográfica é determinado em função da energia do feixe de raios X. Portanto, o conhecimento preciso dos espectros de um sistema de raios X é necessário para analisar o sistema de imagem radiográfica, com o objetivo de reduzir a dose para o paciente e para otimizar a qualidade de imagem (FRAGOSO *et al.*, 2007). Como consequência do avanço nessas áreas, as demandas de análises de espectrometria aumentaram consideravelmente (MIYAJIMA, 2006; SCHNEIDER & KRAMER, 2006). A qualidade de um feixe de raios X pode ser especificada em termos de seu espectro ou característica de atenuação no meio de referência. A variação do espectro de raios x demanda a necessidade de sua medição em radiologia diagnóstica ou em dosimetria (NOGUEIRA, 1997).

Sob condições clínicas, a medida direta do espectro diagnóstico é dificultada pelo *pile-up* (empilhamento de fótons), ou seja, o detector faz a contagem de dois ou

mais fótons como se fosse um só, devido às altas taxas de fluência de fótons (MAEDA et al., 2005).

Atualmente os espectrômetros semicondutores de CdTe ou CdTeZn são utilizados para medidas de espectros de raios X em condições de uso clínico pois seu sistema é pequeno e de fácil mobilidade, operando por meio de resfriamento eletrônico usando o efeito Pelletier. Sua resolução de energia é apropriada para medidas de espectro de raios X diagnóstico (MIYAJIMA e IMAGAWA, 2002; MAEDA et al, 2005).

Os detectores compostos de semicondutores como os do tipo CdTe apresentam alta eficiência de absorção para raios X e portanto o efeito *pile-up* vem a ser um problema quando altas taxas de fótons são produzidas (MAEDA et al., 2005). O sistema entende que eles constituem um único evento e a energia efetiva é diferente da energia do evento isolado. Neste caso, a taxa de medida é menor do que o valor verdadeiro e a forma de energia do espectro são distorcidos da verdadeira energia do espectro.

A Comissão Eletrotécnica Internacional (IEC) é uma organização mundial com compromisso de padronização nos campos de eletrotécnica e eletrônica. Com este objetivo, a IEC publica padrões internacionais, especificações técnicas, reportagens técnicas, especificações disponíveis para o público e guias.

A norma International Electrotechnical Commission (ISO/IEC 61267, 2005) define as qualidades para os feixes de raios X diagnóstico. Estas qualidades são divididas em dois grupos: feixes de raios X atenuados e não atenuados. No caso de feixes de raios X atenuados, filtros de Al com espessuras de 6,5 a 50 mm são usados para simular a atenuação do feixe de raios X. As qualidades da IEC consideradas livre de radiação espalhada são chamadas RQR, RQA, RQC, RQT, RQR-M e RQAM e as qualidades que incluem a radiação dispersa devido à presença do paciente, são chamadas RQN, RQB, RQN-M e RQB-M (ISO / IEC 61267, 2005).

A qualidade de um feixe de raios X é o termo usado para referir a sua habilidade de penetração em algum material. Para um dado material, a habilidade depende da energia dos fótons (ATTIX, 1986). A qualidade RQR é definida em feixes de radiação emergindo de fontes de raios X e determinam o espectro do feixe de radiação após sofrer modificações pela adição de filtros de alumínio a uma

espessura calculada através da atenuação do feixe primário de raios X (ISO/IEC 61267, 2005).

3.6 Números TC e Unidades de Hounsfield

As imagens médicas, assim como as fotografias e pinturas, são imagens analógicas, compostas de vários níveis de intensidade de brilho (e de cores). Estas imagens analógicas não podem ser tratadas diretamente por computadores, pois estes trabalham com números.

Uma imagem convertida para o formato digital gera um arquivo com muitos números, representados em forma matricial. O menor elemento de uma imagem digital bidimensional é chamado de *pixel*. A área de uma imagem, em seu processo de aquisição, denominada FOV- *Field of view*, é definida para que tenha uma resolução adequada para o estudo a que é destinada, ou seja, um objeto de interesse deve ter tamanho mínimo para que possa ser distinguido dos demais elementos da imagem. Quanto maior o FOV de uma imagem, para uma matriz com número definido de *pixels*, maior o tamanho do pixel e conseqüentemente, menor a resolução da imagem. A resolução da imagem aumenta proporcionalmente ao número de pixels de sua matriz, permitindo uma melhor diferenciação entre os elementos que compõem a imagem (FOLEY *et al.*, 1990).

Em imagens médicas, as regiões de interesse precisam ser vistas em toda sua extensão, tanto em largura, como em comprimento. Para isso, a região anatômica é dividida em vários cortes, formando imagens sequencias. Os cortes anatômicos têm espessuras determinadas, que variam de acordo com o tipo de exame e com a resolução necessária para a avaliação do diagnóstico.

Nos exames de Tomografia Computadorizada, o princípio de formação de imagens se baseia na irradiação, por um feixe de raios X, de um corte transversal do corpo humano, produzindo um mapa bidimensional em escala de níveis de cinza dos valores do coeficiente de atenuação linear (μ) através do tecido. Com isto preservam-se muitas informações, que em uma radiografia comum, são perdidas pela superposição da imagem (WOLBARST, 1993).

A imagem é formada pelas informações contidas na transmissão parcial do feixe de fótons através do corpo. A energia eletromagnética do feixe de raios X que penetra no paciente, eventualmente, pode interagir com os tecidos. Os diversos tipos de tecidos do corpo humano apresentam densidades diferentes, que dão origem a variações na intensidade do feixe de raios X de saída. A imagem digital é uma matriz bidimensional em que cada elemento da matriz, denominado *pixel*, recebe um valor numérico denominado de número TC. O número de TC está relacionado ao coeficiente de atenuação linear do elemento do objeto, o *voxel*, que ele representa (CARLOS, 2002).

A definição do número TC é representada na equação 1 em Unidades Hounsfield (HU) onde, μ_m é o coeficiente de atenuação linear do material que compõe o *voxel* e μ_a é o coeficiente de atenuação linear da água. Por definição, o número TC da água é igual a zero.

$$HU = \frac{1000(\mu_m - \mu_a)}{\mu_a} \quad (1)$$

Nos exames de Tomografia Computadorizada, a energia média dos fótons de raios-X está na faixa entre 50 keV a 70 keV. Nesta faixa de energia, a interação predominante entre fótons e tecido mole é o espalhamento Compton, onde o coeficiente linear de atenuação tem forte dependência com a densidade do tecido. Desta forma, pelo menos para os tecidos moles, os números TC estão intimamente relacionados à densidade do tecido. Para tecidos menos densos do que a água, o valor de número de TC é negativo. Um número TC positivo indica que a densidade do tecido é maior do que a da água (CARLOS, 2002).

O coeficiente de atenuação linear é uma característica da composição elemental do material analisado e de sua densidade, sendo também dependente da energia utilizada para a aquisição dos dados. O exame de TC, usualmente utiliza a tensão de 120 a 140 kV, bem como uma maior filtração do feixe ocorrendo aumento na energia efetiva do feixe de raios X. Em radiologia diagnóstica, o coeficiente de atenuação é uma combinação da atenuação produzida pelo efeito fotoelétrico, espalhamento Rayleigh e Compton. Em altas energias o espalhamento Compton predomina e irá contribuir para o contraste das imagens. O espalhamento Compton

depende da densidade de massa (g/cm^3) do material e do número de elétrons por unidade de massa (elétrons/g). O número de elétrons por unidade de massa é igual a NZ/A onde N é o número Avogadro ($6,02 \times 10^{23}$), Z é o número atômico e A é o número de massa. Os elementos predominantes nos tecidos são o C, N, O e H. Como a razão de Z/A para C, N, O é 0,5 e para o H é 1,0 observa-se que o número TC, com exceção do H, não é tão dependente do número atômico em um dado voxel. O osso apresenta grande quantidade de Ca e sua razão Z/A é também 0,5. Embora o espalhamento Compton seja predominante em TC, o alto número atômico do Ca em relação ao C, N, O e H causa o aumento da absorção fotoelétrica no osso. Ocorre também que a densidade do osso é três vezes maior que a da água e assim, ele apresenta um maior número TC (BUSHBERG *et al.*, 2012).

As unidades de Hounsfield são afixadas numa escala (-1000HU a 3000HU no caso do sistema TC utilizado), que depende do tipo de sistema, onde a água é a referência. As unidades de Hounsfield são muito importantes na interpretação em medicina onde é necessário determinar o tipo de tecido que se está a analisar. No entanto, em termos físicos, o coeficiente de atenuação linear da radiação na matéria é medido em cm^{-1} . Os coeficientes de atenuação depois de serem traduzidos em unidades de Hounsfield são convertidos numa escala de tonalidades de cinza (PROKOP e GALANSKI, 2003).

Um determinado tecido pode produzir valores diferentes de números TC se investigado em diferentes tomógrafos, visto que os espectros de raios X (tensão e filtros físicos) e os procedimentos de calibração do sistema não são semelhantes. Além disso, em um mesmo tomógrafo, o número TC de certo tecido pode variar em função da localização do tecido dentro da área examinada (CARLOS, 2002).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Esta investigação foi realizada em etapas definidas para a caracterização dosimétrica dos tecidos dentais (esmalte e dentina humana) e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio. As amostras destes materiais foram submetidas às técnicas analíticas para determinação de sua composição. Posteriormente, o espectro de energia de raios X transmitido foi medido pelo sistema espectrométrico composto pelo detector CdTe e utilizando os espécimes de esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio como atenuadores. A partir dos dados fornecidos pela espectrometria, o coeficiente de atenuação mássico e o número atômico efetivo foi determinado e comparado com aqueles determinados pelo programa WinXCOM.

4.1 Preparo das amostras de esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio a serem submetidas às técnicas analíticas

4.1.1 Amostras de esmalte e dentina

O esmalte e a dentina foram obtidos de dentes de humanos, terceiros molares permanentes, oclusos, intactos livres de cárie e extraídos por razões periodontais, da clínica de Cirurgia da Universidade Católica de Minas Gerais. Os dentes foram limpos e armazenados em água destilada a uma temperatura de 18° C negativos. O método de separação da porção coronal do esmalte e dentina de 30 dentes utilizou duas técnicas: 1- mecanicamente particulado por meio de um martelo cirúrgico, posterior à secagem em estufa por 5 horas a 160° C, segundo estudo de SÖREMARK & SAMSAHL (1962) e relato de OKTAR (2007). 2- por meio de pontas diamantadas (KG Sorensen), em alta rotação e refrigeradas a água segundo estudo de HOLAGER (1970; 1972). Após a separação do esmalte e da dentina cada material foi triturado em um gral de vidro. O pó obtido foi destinado aos laboratórios para análise para a determinação de sua composição elemental.

4.1.2 Biomateriais a base de fosfato de cálcio

Os biomateriais a base de fosfato de cálcio selecionados para este estudo encontram-se disponíveis comercialmente na forma de pó. Todas as amostras foram

obtidas dos fabricantes em recipientes selados e utilizados para as análises sem tratamento prévio. Foram avaliados 4 tipos de biomateriais:

- 1-Bio-Oss® (Geistlich, Suíça)- partículas granuladas de 0,25mm a 1mm;
- 2- Osteogen® (Impladent Ltd, USA)- grânulos de 300 a 400 µm
- 3- Cerasorb® M (Curasan, Alemanha)- grânulos de 100 a 500 µm
- 4- Straumann® Bonoceramic (Straumann, Suécia)- grânulos de 500 a 100 µm.

4.2 Métodos de análises utilizados para a determinação da composição esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio

As análises qualitativas e quantitativas das amostras foram realizadas nos laboratórios do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear- Comissão Nacional de Energia Nuclear (CDTN/CNEN) e no Departamento de Química da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE) por meio de quatro técnicas: Análise por Ativação Neutrônica (INAA), Análise Elementar (AE), Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES) e Espectroscopia de Energia de Raios X (EDX).

A Análise por Ativação Neutrônica (INAA) consistiu na irradiação das amostras, em triplicata, por nêutrons no reator nuclear de pesquisa TRIGAMARKI IPR-1 do CDTN, com fluxo de nêutrons térmicos da ordem de $6,6 \times 10^{11} \text{ n} \times \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$. Visando a detecção de elementos cujos radionuclídeos apresentam meia-vida curta (tempo menor que 3 horas), as amostras foram irradiadas por 5 minutos. Posteriormente, as amostras foram reirradiadas por 4 horas e depois por 8 horas para a determinação dos elementos com radionuclídeos de meia-vida média e longa, respectivamente. A radioatividade induzida foi medida por meio da espectrometria gama (HPGe) e a quantificação dos elementos utilizando a técnica do k_0 (MENEZES *et al.*, 2002) que apresenta uma sensibilidade em ppm (partes por milhão), para uma grande variedade de elementos. As concentrações elementares são calculadas utilizando-se constantes como o k_0 já determinado para cada radionuclídeo, parâmetros do reator e equações específicas.

A Análise por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES) foi utilizada para a análise de P e Mg das amostras de esmalte e dentina. Seu princípio baseia-se na excitação dos elementos em solução por meio do plasma de argônio, sustentado por um meio magnético gerado por uma bobina de radio frequência. O equipamento utilizado foi o da marca Spectroflame, modelo FMV 05 Scanner. As amostras de esmalte e dentina foram pesadas e separado cerca de 0,1000g de cada amostra. Posteriormente, as amostras foram transferidas para um béquer de 250 mL e acrescentado 10 mL de HNO₃ 1:1 e 5 mL de H₂O₂. O material foi levado a uma chapa aquecedora a 100°C até toda a sua dissolução e depois transferido para um balão volumétrico de 100mL. A curva de calibração foi feita com os elementos P e Mg. As concentrações de P na curva de calibração foram 100, 200, 300, 400 e 450 mg/L. As concentrações de Mg na curva de calibração foram 1, 2, 3, 5 e 10 mg/L. Os comprimentos de onda utilizados foram 213,61 nm para o P e 285,21 nm para o Mg.

A técnica de análise para avaliação do conteúdo molecular (C,H,N,S) das amostras de esmalte e dentina foi realizada em quadruplicata a partir de 1 mg de amostra, por combustão a 1000°C. Através desta técnica pode-se determinar a porcentagem de carbono, hidrogênio, nitrogênio, assim como enxofre, em compostos orgânicos e inorgânicos, sejam eles sólidos ou líquidos. As medidas foram realizadas no equipamento Carlo-Erba – CE Instruments modelo EA 1110, o qual utiliza o gás Hélio como arraste pertencente ao departamento de química da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE). Os elementos carbono, hidrogênio e enxofre, foram analisados simultaneamente, mediante curva de calibração obtida com padrões secos e de alta pureza em condições iguais às das análises, com tempo de queima de 600 segundos, sob temperatura de 1000°C e fluxo de gás hélio.

O conteúdo de moléculas dos biomateriais a base de fosfato de cálcio- Bio-Oss[®], Osteogen[®], Cerasorb[®] M Dental, Straumann[®] Boneceramic- foi avaliado por meio da leitura das amostras às análises de carbono, hidrogênio e nitrogênio. As determinações foram realizadas em um equipamento da CHNSO da Perkin-Elmer, modelo 2400, em triplicata, no laboratório do CDTN/CNEN (Laboratório de Materiais Nanoestruturados para Bioaplicações, CDTN/CNEN)

O esmalte, dentina e os biomateriais a base de fosfato de cálcio- Bio-Oss[®], Osteogen[®], Cerasorb[®] M Dental, Straumann[®] Bonoceramic- foram submetidos à análise por Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDX). Esta técnica permitiu analisar a composição química da amostra em questão e a percentagem de cada espécie dentro dela. As análises químicas das amostras totais foram realizadas no laboratório do Serviço de Tecnologia Mineral, CDTN / CNEN, utilizando o espectrômetro de fluorescência de Raios-X por energia dispersiva, marca Shimadzu, modelo EDX-720, com tubo de ródio e detector de silício-lítio. O equipamento é composto de três partes: câmara de amostragem, tubo de raios X e detector de Si (Li). Na câmara de amostragem há uma bandeja, onde podem ser colocadas até 16 amostras para serem irradiadas. Foram realizadas análises qualitativas, para detecção das fases presentes e quantitativa, para quantificação das fases determinadas na análise qualitativa. Para essas análises utilizou-se o *software* qual-quantum da Shimadzu, na calibração por ponto fundamental.

4.3. Preparo dos espécimes de esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio utilizados como atenuadores de raios X

Os espécimes de dentina e esmalte utilizados como atenuadores do feixe de raios X apresentaram a forma de pequenas placas que foram obtidas por meio de discos de aço em baixa rotação (FIG. 2). As espessuras das placas de esmalte e dentina variaram de 0,06 cm a 0,33 cm e 0,04 cm a 0,42 cm, respectivamente. As medidas das espessuras foram realizadas por meio de um micrômetro digital Mitutoyo (Sul Americana Ltda, Brasil).

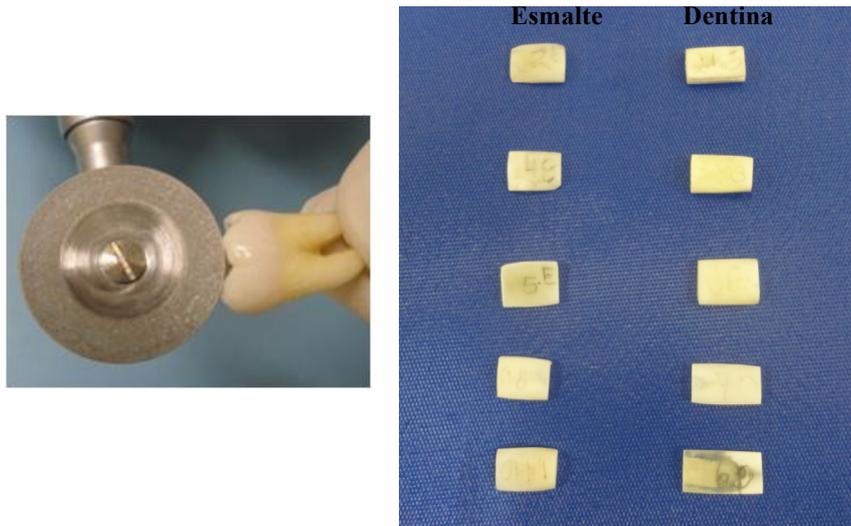


FIGURA 2 – Obtenção dos espécimes de esmalte e dentina utilizados como atenuadores

Os espécimes dos biomateriais a base de fosfato de cálcio- Bio-Oss[®], Osteogen[®], Cerasorb[®] M, Straumann[®] Boneceramic- em forma de pastilhas cilíndricas foram obtidas pela condensação do pó de cada biomaterial em uma Máquina Universal Instron 5882 - 100kN (FIG.3) que pertence ao Laboratório de Ensaios Mecânicos do CDTN. As amostras foram pesadas em uma balança analítica com precisão de 0,0001g (Mettler Toledo, AG245) e posteriormente foram colocadas em um conjunto para fabricação de pastilhas (matriz em aço VC 131), projetada pelo laboratório do Núcleo de Tecnologia de Combustível e confeccionada pelo Centro de Produção Mecânica do CDTN/CNEN para este propósito (FIG.4). O biomaterial foi colocado manualmente dentro do orifício da matriz e a seguir foi prensado, obtendo-se pastilhas cilíndricas com diâmetro definido pelo diâmetro da matriz, ou seja, 6 mm. A produção das pastilhas foi realizada utilizando uma pressão de 25, 50, 75 e 100 MPa (250, 500, 750 e 1000 kgf/cm²) (FIG. 5).



FIGURA 3- Máquina Universal Instron 5882 - 100kN



FIGURA 4- Conjunto para obtenção das pastilhas (matriz em aço VC 131)

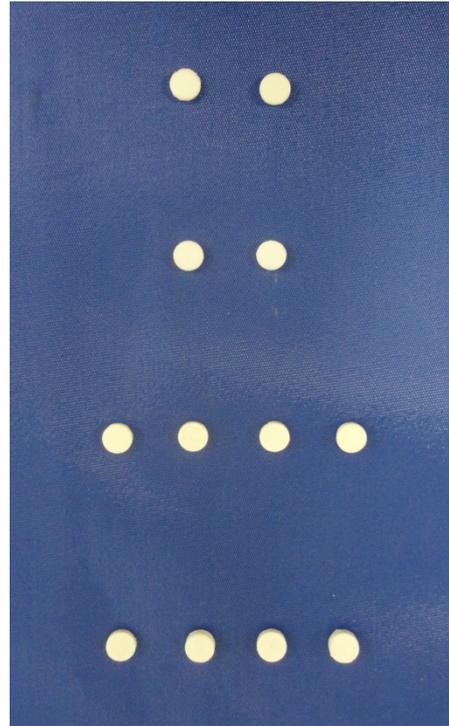
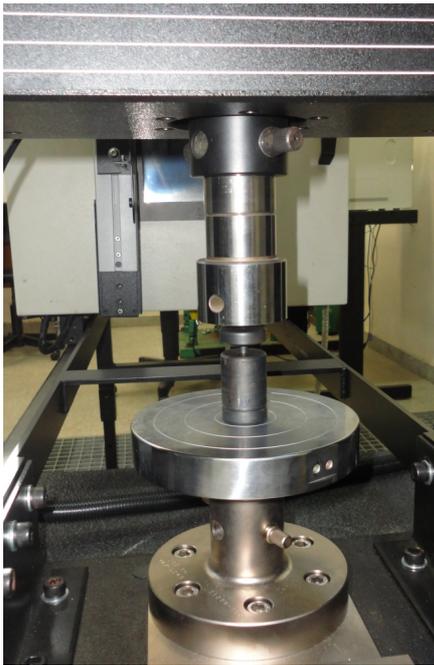


FIGURA 5- Obtenção das pastilhas dos biomateriais a base de fosfato de cálcio utilizadas como atenuadores

As espessuras das pastilhas dos biomateriais variaram de 0,181cm a 0,297cm (FIG. 5), cujas medidas foram realizadas por meio de um micrômetro digital Mitutoyo (Sul Americana Ltda, Brasil).

4.4 Espectrometria de raios X

A medida do espectro de energia de raios X transmitido, utilizando os espécimes de esmalte, dentina e dos biomateriais de fosfato de cálcio como atenuadores, foi realizada no Laboratório de raios X da Divisão de Metrologia do Centro Regional de Ciências Nucleares (CRCN/CNEN) e no Laboratório de Calibração de Dosímetros do CDTN/CNEN.

Os feixes de Raios X foram produzidos por meio do equipamento industrial (FIG.6) Pantak Seifert Isovolt HS320 (AGFA NDT PANTAK SEIFERT GMBH & CO. KG, 2003). O equipamento opera na faixa de 5 a 320 kV, com corrente que varia de 0,1 a 45 mA, potência de dissipação de energia no anodo máxima de 2240 W e pode ser operado continuamente variando somente a potência de dissipação de energia de acordo com o foco que esteja sendo utilizado: o foco grosso com o tamanho de 3,6

mm e o fino de 1,9 mm. O aparelho é muito estável e opera em condições nas quais o desvio padrão da intensidade do feixe de Raios X não ultrapassa 0,3 % das medições.

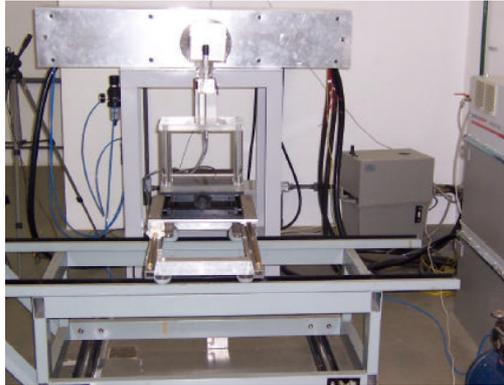


FIGURA 6- Equipamento de raios X industrial Pantak Seifert Isovolt HS320

O sistema espectrométrico (FIG.7) que foi utilizado é constituído de: um detector de telureto de Cadmio; uma fonte de alimentação e amplificador modelo PX2T-CdTe; um analisador multicanal com conversor A/D modelo MCA 8000 A; um programa computacional, PMCA V2.0.1, para controlar o analisador multicanal e visualizar os espectros durante a sua aquisição; e um computador para a aquisição dos dados.

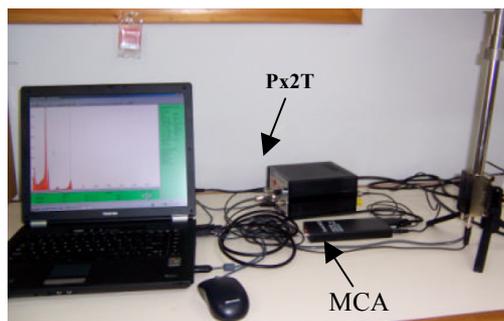


FIGURA 7- Sistema espectrométrico

O detector é um fotodiodo do tipo Schottky de telureto de cádmio, CdTe, de 1 mm de espessura e área sensível de 9 mm² (FIG.8). Apresenta uma janela de berílio de 100 µm de espessura. O cristal no detector é resfriado por efeito térmico utilizando células Peltier com a finalidade de reduzir a corrente de fuga e melhorar as propriedades de transporte de carga. As características complementares incluem uma tensão reversa aplicada de 400 V e montagem do primeiro pré-amplificador, um

transistor tipo FET, montado no mesmo substrato junto com o detector e a célula Peltier (AMPTEK).

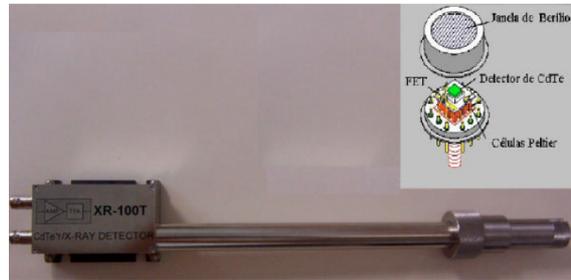


FIGURA 8- Detector CdTe AMPTEK e diagrama esquemático da montagem do detector

O amplificador fabricado pela AMPTEK integra as fontes de alimentação para o conjunto detector e pré-amplificador (FIG.9).



FIGURA 9- Amplificador e fonte de alimentação PX2T CdTe

O analisador multicanal fabricado pela AMPTEK (FIG. 10) é um conversor analógico digital, A/D, de 16 bits, portátil de aproximação sucessiva e tempo de conversão de 5 μ s. Opera com até 1600 canais e possui memória para armazenar até 128 espectros diferentes em memória não volátil. Apresenta conexão para um computador de tipo IBM-PC por meio de uma conexão RS-232 com velocidade de 115,2 k.



FIGURA 10- Analisador multicanal MCA 8000 fabricado pela AMPTEK

A AMPTEK fornece um conjunto de colimadores de tungstênio com diversos diâmetros específicos para a utilização com detectores que fabrica. Com o objetivo de reduzir as taxas de contagens (efeito *pile-up*) foram utilizados colimadores de tungstênio com diâmetro de abertura de 1 a 4 mm dentro do espaçador (Kit EXVC) de 35 mm de comprimento. O alinhamento do feixe de raios X foi realizado utilizando um feixe de raios “laser”.

O programa computacional PMCA V 2.0.1 desenvolvido pela AMPTEK possibilita a aquisição e a visualização das distribuições de altura de pulso medidas utilizando um computador compatível com o IBM-PC. O programa PMCA V 2.0.1 adquire e permite a visualização de todos os dados transmitidos pelo analisador multicanal, incluído os espectros, o tempo real, o tempo de contagem e aos parâmetros de configuração e estado. A versão para o Windows do programa PMCA V 2.0.1 foi utilizada neste trabalho (FIG.11) e fornecida pela AMPTEK.

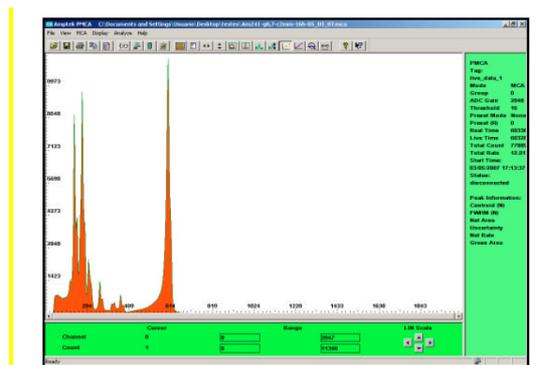


FIGURA 11- Versão para MS Windows do programa computacional PMCA V 2.0.1 .

A calibração do sistema espectrométrico foi realizada a partir da medição dos espectros de energia espectros de fontes radioativas padrão (^{241}Am , ^{109}Cd , ^{133}Ba), emissoras de raios x e gama dentro do intervalo de energia de utilização do sistema. Foram posicionados dois colimadores de tungstênio, com 0,2 e 0,1 cm de diâmetro separados por um espaçador. Foi realizada uma contagem durante o tempo necessário para que os canais correspondentes às principais energias de emissão das fontes pudessem ser identificadas. Para cada fonte radioativa foram selecionados os picos de energia de raios X ou gama de maior intensidade como referência para os processos de calibração de energia e determinação da espessura equivalente do detector.

Para determinar a curva de calibração de energia em função do canal, foi associado o valor de energia do pico com valor de seu canal. Para se determinar o canal central de cada pico de interesse foi realizada a interpolação de uma distribuição Gaussiana do número total de eventos do canal por picos de intensidade de contagem.

O espectro de energia do feixe de raios X transmitido através dos espécimes de esmalte, dentina e biomateriais de fosfato de cálcio foi produzido em uma faixa de tensão de 40 a 90 kV e utilizando 1 a 5 mA de corrente no tubo. O experimento foi realizado no Laboratório de raios X da Divisão de Metrologia do Centro Regional de Ciências Nucleares (CRCN/CNEN) e no Laboratório de Calibração de Dosímetros do CDTN/CNEN.

O detector foi posicionado a uma distância de 350 cm do ponto focal (FIG. 12) e o tempo de contagem para cada medida foi de 60 segundos em todos os espectros, quando o experimento foi realizado no Laboratório de raios X da Divisão de Metrologia do Centro Regional de Ciências Nucleares (CRCN). As medidas foram realizadas em esmalte e dentina.

No experimento realizado no Laboratório de Calibração de Dosímetros do CDTN/CNEN o detector foi posicionado a uma distância de 177,8 cm do ponto focal. A uma distância de 27,8 cm do ponto focal foi fixado um posicionador para que os espécimes dos biomateriais dentais fossem colocados para as medidas (FIG. 13 e 14). O tempo de contagem para cada medida foi de 500 segundos para todos os espectros e em triplicata. As medidas foram realizadas nos biomateriais a base de fosfato de cálcio.

As medidas dos espectros de energia do feixe de Raios X transmitidos foram realizadas para as qualidades RQRs da IEC. As radiações de referência utilizadas foram: RQR2, RQR3, RQR4 e RQR5 para o primeiro estudo e RQR3, RQR5 e RQR7, para o segundo estudo (TAB. 1).

TABELA 1

Valores de tensão, primeira camada semirredutora (1ª CSR) e coeficiente de homogeneidade para as radiações de referência RQR implantadas no Laboratório de Calibração de Dosímetros do CDTN/CNEN

Radiação de Referência	Tensão (kV)	1ª CSR (mm Al)	Coefficiente de homogeneidade
RQR2	40	1,42	0,81
RQR3	50	1,78	0,76
RQR4	60	2,19	0,74
RQR5	70	2,58	0,71
RQR7	90	3,48	0,68

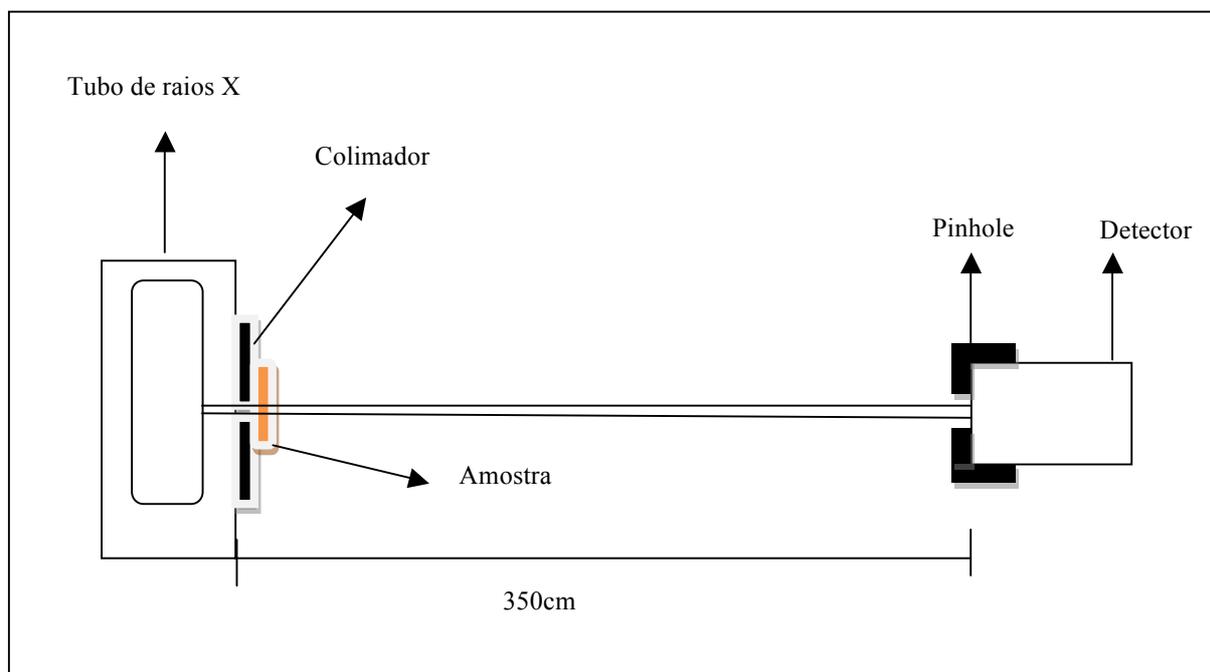


FIGURA 12- Sistema de posicionamento experimental utilizado no Laboratório de raios da Divisão de Metrologia do Centro Regional de Ciências Nucleares (CRCN)

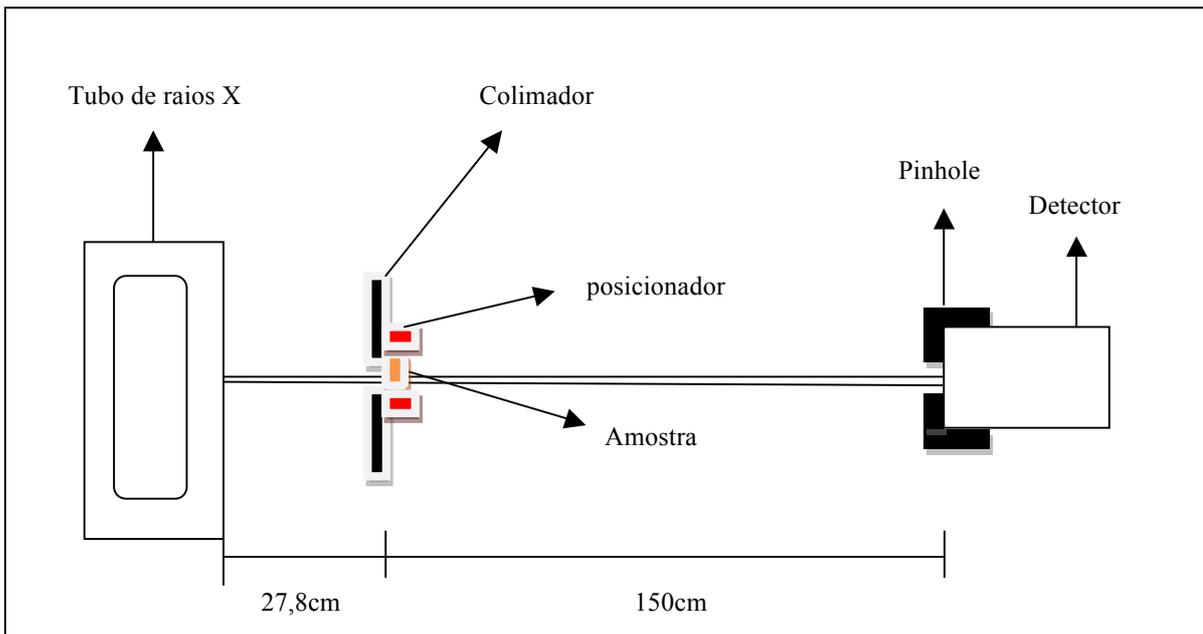


FIGURA 13- Sistema de posicionamento experimental utilizado no Laboratório de Calibração de Dosímetros do CDTN/CNEN

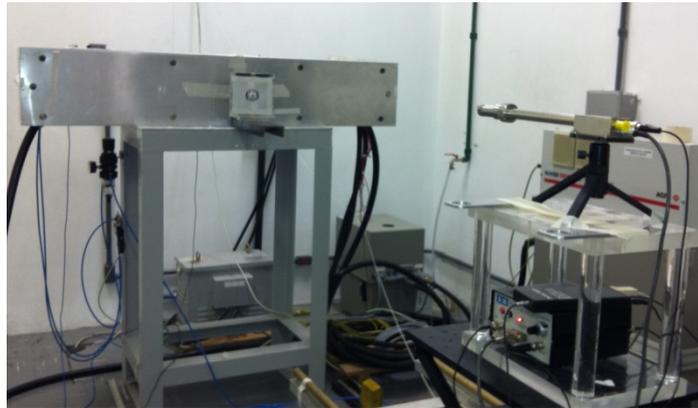


FIGURA 14- Sistema de posicionamento utilizado no Laboratório de Calibração de Dosímetros do CDTN/CNEN

4.5 Obtenção da energia média

A energia média do espectro de energia dos raios X transmitidos foi obtida utilizando a expressão abaixo:

$$E_{méd} = \frac{\sum_{n=1}^n \left[\frac{d\Phi(E_n)}{dE} \right] E_n (\Delta E_n)}{\Phi} \quad (2)$$

onde $d\Phi(E_n)$ é o número de fótons da distribuição do espectro de energia no intervalo de energia ΔE , cuja energia é E_n e Φ é a fluência de fótons (ATTIX, 1986; KERUR et al., 2009).

4.6 Avaliação da camada semirredutora (CSR)

A CSR é definida como a espessura de um determinado material absorvedor necessária para reduzir a intensidade do feixe de raios X a 50 % do valor inicial, em condições de boa geometria. Esta condição implica uma configuração que minimize o espalhamento que tende a aumentar o valor da CSR (LACERDA *et al.*, 2007).

A CSR dos feixes de raios X transmitidos em relação às espessuras de esmalte e dentina foi determinada. A área sob a curva de cada espectro foi relacionado como a intensidade transmitida. Os valores das intensidades transmitidas dos feixes de 20 a 100 % em relação a espessura foram obtidas da área sobre o pico fotoelétrico de cada espectro de raios X que foram atenuados por placas de esmalte e dentina de espessuras 0,06 a 0,26 cm e 0,04 a 0,38 cm, respectivamente, e submetidos a uma de tensão de 40 a 90 kV . O gráfico da intensidade transmitida em relação à espessura das amostras de esmalte e dentina determinou o valor da CSR por regressão linear.

4.7 Determinação do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ)

De acordo com a Lei de *Lambert – Beero* o coeficiente de atenuação mássico é definido pela equação da absorção exponencial, que caracteriza a passagem da radiação eletromagnética através da matéria, dada por:

$$I = I_0 e^{-\left(\frac{\mu}{\rho}\right)t} \quad (3)$$

onde “t” representa o produto da espessura pela densidade do material usado como amostra, “ μ ” o coeficiente de atenuação linear, ρ é a densidade da amostra, “ I_0 ” é a intensidade do feixe incidente na amostra e “I” é a intensidade do feixe emergente da amostra.

Para os materiais compostos de vários elementos, assume-se que a contribuição de cada elemento para a interação total do fóton é aditiva “Regra de Bragg-aditividade”. Nessa regra o coeficiente de atenuação mássico total de um composto é a soma das proporções de peso de cada átomo individual presente (MORABAD e KERUR, 2010).

Dessa forma:

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{comp} = \sum(W_i) \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{ielem} \quad (4)$$

em que: $\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{comp}$ é o coeficiente de atenuação mássico para o composto, $\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{elem}$ é o coeficiente de atenuação mássico para cada elemento individual e W_i é a fração em peso dos elementos no composto.

O programa WINXCOM foi utilizado para calcular o coeficiente de atenuação mássico (teórico), ou seções de choque de interação de fótons para os elementos, composto ou mistura. As frações em peso de cada elemento presentes no esmalte e dentina foram determinadas por meio das técnicas analíticas citadas anteriormente (item 4.2).

O valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental para cada energia média definida pelos espectros de raios X calculados no item 4.4 foram determinados utilizando duas metodologias.

Na primeira metodologia, o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental (A) das amostras de esmalte e dentina foi determinado pela inclinação da curva do logaritmo da intensidade transmitida versus a espessura dos espécimes de esmalte e dentina. Como especificado anteriormente a área sob o pico fotoelétrico de cada espectro de raios X correspondeu à intensidade transmitida.

Na segunda metodologia, coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental (B) das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais foi determinado por meio da equação da absorção exponencial que caracteriza a passagem da radiação eletromagnética através da matéria, equação 3.

4.8 Determinação do número atômico efetivo parcial e total.

A metodologia para a dedução do número atômico efetivo parcial e total do esmalte, dentina e dos biomateriais dentais, neste estudo, foi baseada nas pesquisas desenvolvidas por RAO *et al.* (1985), YANG *et al.* (1987), ÖZDEMIR & KURUDIREK (2009).

Nesta pesquisa o número atômico efetivo parcial e total foi determinado na faixa de energia de 10 a 200 keV.

Para os processos de interação parciais foi calculado pela relação

$$Z_{eff} = \left(\sum \alpha_i Z_i^{m-1} \right)^{1/(m-1)} \quad (5)$$

onde

$$\alpha_i = \frac{W_i Z_i / A_i}{\sum (W_i Z_i / A_i)} \quad (6)$$

W_i , Z_i e A_i são fração em peso, números atômicos e os pesos atômicos dos elementos presentes no tecido biológico ou material composto.

As seções de choque por átomo para interação de fótons com tecidos humanos foram utilizadas para definir o número atômico efetivo. A seção de choque por átomo (μ_a) é definida ser proporcional a Z^m . O Z^m depende do tipo de processo de interação considerado e da energia do fóton. Assim, a seção de choque por átomo é geralmente expressa como

$$\mu_a = AZ^m \quad (7)$$

onde, μ_a é a seção de choque atômica e A e m são parâmetros que dependem do tipo de processo considerado e cujos valores mudam com a energia dos fótons incidentes. A relação linear entre $\ln(\mu_a)$ versus $\ln(Z)$ pelo método dos mínimos quadrados na faixa de energia de 10 a 200 keV determinou um valor específico de m . O XCOM forneceu a seção de choque de cada elemento.

Para o cálculo do número atômico efetivo total determinou-se o número atômico equivalente correspondente à seção de choque do material composto.

Para a dedução do número atômico efetivo do composto foi necessário, primeiro, calcular o coeficiente de atenuação mássico do material. A seção de choque foi estimada utilizando a regra de aditividade negligenciando qualquer efeito de estado físico ou fase.

Os coeficientes de atenuação mássico teórico do esmalte e dentina foram determinados segundo o item 4.7 utilizando o programa WinXCOM. As frações em peso de cada elemento presentes no esmalte, dentina e dos biomateriais dentais foram determinadas por meio das técnicas analíticas citadas anteriormente nos item 4.2.

O coeficiente de atenuação mássico teórico foi convertido em seção de choque por átomo $(\mu_a)_{comp}$ dividindo o coeficiente de atenuação mássico do composto- $(\frac{\mu}{\rho})_{comp}$ (cm^2/g) - pelo número total de átomos presentes em um grama do composto de acordo com a relação:

$$(\mu_a)_{comp} = \frac{(\mu/\rho)_{comp}}{N_A \sum_i W_i/A_i} \quad (8)$$

onde N_A é o número Avogadro .

Foram construídos gráficos determinados entre a seção de choque dos elementos versus seu número atômico para cada energia e o número atômico efetivo equivalente do esmalte, dentina e biomateriais foram calculados na faixa de energia de 10 a 200 keV.

O número atômico efetivo (experimental) foi determinado nas energias de 26,5 a 46,2 keV referentes às amostras de esmalte e nas energias de 25,8 a 46,1 keV referentes às amostras de dentina.

Os valores do número atômico efetivo (experimental) foram comparados ao número atômico efetivo (teórico), definidos pelo programa WinXCOM para as energias médias citadas acima.

4.9 Determinação da densidade dos tecidos dentais (esmalte e dentina) e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio

A densidade das amostras de esmalte e dentina foi determinada no laboratório de Análise Química (EC4) do CDTN/CNEN utilizando o método do picnômetro a vácuo e tendo como líquido penetrante de referência o álcool. O procedimento consiste das seguintes etapas:

- A) Pesar o picnômetro, previamente limpo e seco em estufa a 110°C.
- B) Colocar no picnômetro, através de um funil, $\pm 5,0$ g da amostra previamente seca em estufa a 110°C, durante 60min. Pesar e anotar.
- C) Adicionar álcool até a metade do picnômetro e agitar lentamente.
- D) Levar o picnômetro ao dissecador ligado a vácuo de ± 600 mm de Hg, durante 20 min., até o desaparecimento de bolhas de ar.
- E) Completar o volume do picnômetro com álcool, adicionando vagarosamente pelas paredes do aparelho para que a amostra se mantenha inerte no fundo do mesmo. Pesar e anotar, lavar o picnômetro, retirando toda a amostra, secar em estufa a 110°C, esfriar em dissecador, aferir com álcool. Pesar e anotar. As pesagens que envolvem álcool devem ser feitas rapidamente, para evitar a volatilização do mesmo e uma possível absorção de umidade.
- F) Proceder o cálculo da densidade da amostra ($D_{amostra}$) utilizando a equação abaixo:

$$D_{amostra} = (B - A) \times \{(B - A + E) - C\}^{-1} \times d_a \quad (9)$$

onde:

A= massa do picnômetro vazio;

B-A= massa da amostra

C = massa do picnômetro + amostra + álcool (após a dessecação);

E = massa do picnômetro + álcool (item f);

$\{(B - A + E) - C\}$ = massa do álcool deslocado;

d_a = densidade do álcool ($0,81\text{g/cm}^3$).

A densidade dos biomateriais dentais submetidos à prensagem uniaxial, em forma de pastilhas cilíndricas, foi baseada em dados fornecidos pela literatura segundo De GROOT, 1990; BILLOTEE, 2002 (citado por KALITA et al, 2007)

4.10 Determinação da densidade por meio do exame de tomografia computadorizada (Números TC)

4.10.1 Descrição Técnica do equipamento de tomografia computadorizada

A determinação da densidade por meio do exame de tomografia computadorizada foi realizada em um equipamento de terceira geração da marca SIEMENS, modelo Somatom Definition AS (FIG. 15), pertencente ao setor de Tomografia Computadorizada do AXIAL Centro de Imagem.



Figura 15 - Equipamento de tomografia computadorizada modelo Somatom Definition AS (SIEMENS)

As Especificações técnicas do equipamento de Tomografia Computadorizada utilizado no procedimento de encontra na TAB.2.

TABELA 2

Especificações técnicas do equipamento de Tomografia Computadorizada

Fabricante	Siemens
Modelo	Somaton Definition AS
Geração	3 ^a geração
Distância Foco-eixo	595 mm
Filtração Total	6,8 mm eq. Al
Tipo de Detector	Estado sólido
Tensões Seleccionáveis	80, 100, 120 e 140 kV
Correntes Seleccionáveis	20 a 666 mA
Tempos de Exposição Seleccionáveis	0,3; 0,33; 0,5; 1 s
Espessuras de Corte Seleccionáveis	0,6; 0,75; 1; 1,5; 2, 3, 4,5; 6; 7; 8; 10 mm
Tamanho do Ponto Focal	0,7 X 0,7- 0,9 X 1,1 mm
Capacidade Térmica do Anódio	7300 kHU

4.10.2 Procedimento Experimental

Os espécimes de esmalte e de dentina com espessuras entre 0,104 a 0,139 cm e 0,103 a 0,144 cm respectivamente e das pastilhas dos biomateriais dentais -Bio-Oss[®], Osteogen[®], Cerasorb[®] M, Straumann[®] Boneceramic- respectivamente com espessuras de 0,297 a 0,185 cm, 0,247 a 0,181 cm, 0,186 e 0,176 cm e 0,190 e 0,187 cm, submetidos a pressão axial de 25, 50, 75 e 100 MPa, foram avaliados por meio de exames Tomografia Computadorizada para determinar-se a densidade mineral, em Unidades de Hounsfield. As imagens da Tomografia Computadorizada foram adquiridas em formato DICOM (*Digital Imaging and Communication in Medicine*). Neste formato, as imagens adquiridas em quaisquer tomógrafos, independentemente do processo de aquisição (*single, multislice*, feixe cônico) podem ser lidas em *softwares* de imagens volumétricas. As imagens em formato DICOM originais apresentam uma chave de segurança ou número associado, que impossibilita a sua modificação e provê valor legal. Após a aquisição das imagens, as mesmas foram processadas por meio do programa de reformatação Tomografia Computadorizada Dental (DCT).

Os parâmetros utilizados pelo aparelho de Tomografia Computadorizada (Somatom Definition AS) foram tensão de 100 kV, 160 mAs e espessura de corte de 0,6 mm.

Nos cortes transversais foi avaliada a densidade mineral, em Unidades de Hounsfield, da maior área possível, de forma centralizada.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Resultados das análises das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio

A Análise por Ativação Neutrônica (INAA), em esmalte e dentina, permitiu a detecção dos seguintes elementos: Al, Cl, Na, W, Ca, Co, Ta, Zn. A Análise por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES) foi utilizada para a análise de P e Mg. As concentrações desses elementos encontram-se nas TAB.3 e 4.

TABELA 3

Concentração (%) dos elementos determinados em esmalte por meio da Análise por Ativação Neutrônica (INAA) e Análise por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES)

		Concentração %					
Técnicas de análises	Elementos	Método de separação 1	Método de separação 2	Little & Casciani (1966)	Lakomaa & Rytomaa (1977)	Soares et al. (2008)	Saiki et al. (2009)
INAA	Na	0,77 (±0,01)*	0,75 (±0,01)*	0,70	0,72 (±0,08)**	0,649 (±0,084)**	0,68 (±0,04)**
	Al	0,03 (±0,01)*	0,02 (±0,01)*	0,0016	-	-	-
	Cl	0,33 (±0,01)*	0,41 (±0,01)*	-	0,38 (±0,01)**	0,657 (±0,235)**	0,33 (±0,53)**
	Ca	35 (±1)*	35 (±1)*	36,42	37,9 (±2,4)**	31,20 (±4,76)**	32,2 (±4,2)**
	Co	0,00100 (±0,00002)*	0,02000 (±0,00002)*	-	-	-	-
	Zn	0,020 (±0,001)*	0,020 (±0,001)*	0,45	0,000190 (±0,00004)*	0,0202 (±0,0124)**	0,0186 (±15)**
	Ta	0,00200 (±0,00001)*	0,00030 (±0,00001)*	-	-	-	-
	W	0,005 (±0,001)*	0,070 (±0,001)*	-	-	-	-
ICP/AES	P	18,2 (±0,5)*	17,5 (±0,5)*	-	15,8 (±0,5)**	-	-
	Mg	0,22 (±0,01)*	0,20 (±0,01)*	0,22	0,38 (±0,07)**	0,308 (±0,194)**	0,182 (±0,009)*

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas

*Incerteza da medida fornecida pelo laboratório de Radioquímica do CDTN, entre parênteses

**Desvio padrão das medidas entre parênteses

TABELA 4

Concentração (%) dos elementos determinados em dentina por meio da Análise por Ativação Neutrônica (INAA) e Análise por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES)

Técnicas de análises	Elementos	Concentração %					
		Método de separação		Soremark & Samsahl (1962)	Lakomaa & Rytomaa (1977)	Soares et al. (2008)	Saiki et al. (2009)
		1	2				
INAA	Na	0,616 (±0,01)*	0,599 (±0,01)*	0,75	0,49 (±0,05)**	0,532 (±0,065)**	0,66 (±0,08)**
	Al	0,026 (±0,001)*	0,019 (±0,001)*	-	-	-	-
	Cl	0,041 (±0,004)*	0,036 (±0,004)*	0,39	0,27 (±0,022)**	0,0798 (±0,025)**	0,108 (±0,006)**
	Ca	23 (±1)*	24,8 (±1)*	28,2	29,1 (±1,1)**	21,4 (±1,79)**	26,1 (±2,4)**
	Co	0,004 (±0,001)*	0,016 (±0,001)*	-	-	-	-
	Zn	0,018 (±0,001)*	0,013 (±0,001)*	0,0199	-	0,0174 (±0,0002)**	0,0119 (±28)**
	Ta	0,0050 (±0,0001)*	0,003 (±0,0001)*	-	-	-	-
	W	0,016 (±0,001)*	0,062 (±0,001)*	0,00026	-	-	-
	ICP/AES	Mg	0,69 (±0,03)*	0,55 (±0,03)*	-	0,72 (±0,06)**	0,898 (±0,457)**
P		12,6 (±0,5)*	11 (±0,5)*	13,5	14,1 (±1)**	-	-

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas

*Incerteza da medida fornecida pelo laboratório de Radioquímica do CDTN, entre parênteses

**Desvio padrão das medidas entre parênteses

A TAB. 5 apresenta a concentração dos elementos Na, Mg, Si, P, S, Cl, Ca, Fe, Zn, Sr determinados pela técnica de Análise por Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDX) das amostras dos biomateriais a base de fosfato de cálcio- Bio-Oss[®], Osteogen[®], Cerasorb[®] M, Straumann[®] Boneceramic.

TABELA 5

Concentração (%) dos elementos determinados nos biomateriais a base de fosfato de cálcio por meio da técnica de Análise por Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDX)

Concentração (%)				
Elemento	Bio-Oss[®]	Osteogen[®]	CeraSorb[®] M Dental	Straumann[®] Boneceramic
Na	1,96	1,60	2,00	0,50
Mg	0,30	-	0,08	0,28
Si	1,20	1,26	1,37	1,21
P	16,71	17,88	17,69	17,58
S	0,21	0,20	0,17	0,33
Cl	0,15	0,06	0,10	0,05
Ca	39,59	38,17	39,39	38,10
Fe	0,01	0,01	-	0,02
Zn	0,01	-	0,01	-
Sr	0,05	-	0,04	0,02

A TAB. 6 apresenta a concentração dos elementos Al, K, V, Mn, Co, Br, La, Sm, Eu, W determinados pela técnica de INAA das amostras dos biomateriais a base de fosfato de cálcio- Bio-Oss[®], Osteogen[®], Cerasorb[®] M, Straumann[®] Boneceramic.

TABELA 6

Concentração (%) dos elementos determinados nos biomateriais a base de fosfato de cálcio por meio da Análise por Ativação Neutrônica (INAA)

Concentração (%)				
Elemento	Bio-Oss [®]	Cerasorb [®] M Dental	Straumann [®] Boneceramic	Osteogen [®]
Al	0,395 ($\pm 1 \times 10^{-2}$)	0,32 ($\pm 1 \times 10^{-2}$)	0,36 ($\pm 1 \times 10^{-2}$)	0,38($\pm 1 \times 10^{-2}$)
K	-	0,03 ($\pm 1 \times 10^{-3}$)	0,02 ($\pm 2 \times 10^{-3}$)	-
V	-	$1,25 \times 10^{-3}$ ($\pm 1 \times 10^{-5}$)	-	-
Mn	-	$5,05 \times 10^{-2}$ ($\pm 2 \times 10^{-3}$)	-	-
Br	-	$1,15 \times 10^{-3}$ ($\pm 6 \times 10^{-2}$)	-	-
La	-	$5,30 \times 10^{-4}$ ($\pm 4 \times 10^{-5}$)	-	-
Sm	-	$1,13 \times 10^{-4}$ ($\pm 4 \times 10^{-6}$)	-	-
Eu	-	$2,05 \times 10^{-5}$ ($\pm 1 \times 10^{-6}$)	-	-
W	-	$2,75 \times 10^{-4}$ ($\pm 4 \times 10^{-5}$)	-	-

Nota-Incerteza da medida (fornecida pelo Laboratório de Radioquímica do CDTN, entre parênteses)

As concentrações de C, H, N das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio foram determinadas por meio da Análise Elementar (AE) são apresentadas na TAB. 7.

TABELA 7

Concentração (%) de C, N, e H no esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio determinada por meio da Análise Elementar

Elementos	C	N	H
Esmalte	1,08 ¹	0,22 ¹	2,10 ¹
	1,36 ²	0,32 ²	2,48 ²
Dentina	11,42 ¹	3,72 ¹	0,92 ¹
	11,84 ²	3,96 ²	1,01 ²
Bio-Oss®	1,12	-	-
CeraSorb® M Dental	-	-	-
Straumann ® Bonoceramic	0,12	-	0,03
Osteogen®	0,23	-	0,39

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas.

TAB. 8 e 9 apresentam a composição química total das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio obtida por meio das técnicas de INAA, ICP/AES, AE, EDX realizadas neste estudo, para comparação.

TABELA 8
Composição química (%) do esmalte, dentina determinados neste trabalho

N. Atômico	Elementos	Esmalte	Dentina	Esmalte	Dentina
		1	1	2	2
1	H	0,920	2,100	1,010	2,480
6	C	1,080	11,42	1,360	11,84
7	N	0,220	3,720	0,320	3,960
11	Na	0,770	0,616	0,750	0,599
12	Mg	0,220	0,690	0,200	0,550
13	Al	0,030	0,026	0,019	0,019
14	Si	-	-	-	-
15	P	18,20	12,60	17,50	11,00
16	S	-	-	-	-
17	Cl	0,330	0,041	0,410	0,036
19	K	-	-	-	-
20	Ca	35,00	23,00	35,00	24,80
23	V	-	-	-	-
25	Mn	-	-	-	-
26	Fe	-	-	-	-
27	Co	0,001	0,004	0,020	0,016
30	Zn	0,020	0,018	0,020	0,013
35	Br	-	-	-	-
38	Sr	-	-	-	-
57	La	-	-	-	-
62	Sm	-	-	-	-
63	Eu	-	-	-	-
73	Ta	0,002	0,005	0,0003	0,003
74	W	0,005	0,016	0,070	0,062

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas

TABELA 9
Composição química (%) dos biomateriais a base de fosfato de cálcio determinados neste trabalho

N. Atômico	Elementos	Bio-Oss®	Cerasorb® M Dental	Straumann Boneceramic®	Osteogen®
1	H	0,380	-	0,027	0,390
6	C	1,120	-	0,120	0,230
7	N	-	-	-	-
11	Na	1,960	2,000	0,500	1,600
12	Mg	0,300	0,084	0,280	-
13	Al	0,395	0,320	0,360	0,380
14	Si	1,200	1,370	1,210	1,260
15	P	16,71	17,69	17,58	17,88
16	S	0,210	0,170	0,330	0,200
17	Cl	0,150	0,100	0,054	0,057
19	K	-	0,026	0,023	-
20	Ca	39,59	39,39	38,10	38,17
23	V	-	0,0013	-	-
25	Mn	-	0,0505	-	-
26	Fe	0,008	-	0,020	0,007
27	Co	-	-	-	-
30	Zn	0,014	0,010	-	-
35	Br	-	0,0012	-	-
38	Sr	0,530	0,044	0,015	-
57	La	-	0,0005	-	-
62	Sm	-	0,0001	-	-
63	Eu	-	0,00002	-	-
73	Ta	-	-	-	-
74	W	-	0,0003	-	-

O esmalte apresentou maior concentração mineral em relação à dentina, 56,97 % (técnica 1); 56,67 % (técnica 2). Esta característica foi também apresentada por LAKAMAA & RYTOMAA (1977). Dentre os biomateriais analisados o material Cerasorb® M Dental apresentou maior concentração mineral (61,26 %).

Os elementos que apresentaram maior concentração foram Ca e P, nas amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio -Bio-Oss®, Cerasorb® M Dental, Straumann® Boneceramic, Osteogen®.

A TAB. 8 mostrou que o elemento que apresentou maior concentração no esmalte e dentina foi o Ca, em concordância com os resultados dos estudos por meio de INAA de SOREMARK & SAMSAHL (1962), LAKAMAA & RYTOMAA (1977), SOARES *et al.* (2008) e SAIKI *et al.* (2009). A concentração de Ca no esmalte foi de 35 % (técnica 1 e técnica 2) e na dentina a concentração foi de 23 % (técnica 1); 24,8 % (técnica 2). A concentração de Ca, em dentina, foi de 28,2 %, no estudo de SOREMARK & SAMSAHL (1962). No estudo de LAKAMAA & RYTOMAA (1977) a concentração de Ca no esmalte apresentou o valor de 37,9 % e na dentina

apresentou o valor de 29,1 %. OKTAR *et al.* (1999) determinaram a concentração de Ca no esmalte e dentina por meio de análises químicas e obtiveram os valores de 38,6 % e 38,36 %, respectivamente. SOARES *et al.* (2008) determinaram a concentração de 31,2 % em esmalte e 21,4 % em dentina. SAIKI *et al.* (2009) apresentaram o valor de 32,2 % em esmalte e 26,1 % em dentina.

Neste estudo, a concentração de Ca em todos os biomateriais dentais também foi maior do que os outros elementos e do que a concentração apresentada no esmalte e dentina. Os valores foram 39,59 % no biomaterial Bio-Oss[®]; 39,39% no Cerasorb[®] M Dental; 38,10 % no Straumann[®] Boneceramic e 38,17 no Osteogen[®] (TAB.9).

MAROCOVIC *et al.* (2004) obtiveram o conteúdo 39,15 % ($\pm 0,10$) de Ca, em amostras de hidroxiapatitas sintéticas por meio de análise de Espectroscopia de Absorção Atômica.

CRUZ *et al.* (2007) determinaram a concentração de Ca em diversos biomateriais e obtiveram por meio de EDX no biomaterial Bio-Oss[®] e na hidroxiapatita mineral natural de osso bovino valores de 79,45 % e 26,39 % respectivamente.

A concentração do elemento P foi maior no esmalte, 18,2 % (técnica 1) e 17,5 % (técnica 2) do que na dentina, 12,6 % (técnica 1) e 11 % (técnica 2). LAKAMAA & RYTOMAA (1977) obtiveram valores de 14,1 % na dentina e 15,8 % no esmalte. No estudo de SOREMARK & SAMSAHL (1962) a concentração de P em dentina foi de 13,5 %. OKTAR *et al.* (1999) determinaram a concentração de P no esmalte e dentina por meio de análises químicas e obtiveram os valores de 18,93 % e 18,17 %, respectivamente.

MAROCOVIC *et al.* (2004) obtiveram o conteúdo de 18,181 % (± 0.037) de P, em amostras de hidroxiapatitas sintéticas por meio de análise de colorimetria.

CRUZ *et al.* (2007) obtiveram no biomaterial Bio-Oss[®] a concentração de 17,59% de P e na hidroxiapatita mineral natural de osso bovino o valor foi de 22,8 %.

O Na foi o segundo elemento, em concentração, encontrado por meio da INAA (TAB.8) e apresentou a concentração no esmalte de 0,77 % (técnica 1) e 0,75 % (técnica 2). Na dentina, a concentração de Na foi de 0,616 % (técnica 1) e 0,599 % (técnica 2). O estudo de LAKAMAA & RYTOMAA (1977) apresentou, para o esmalte,

o valor de 0,72 % e para a dentina o valor de 0,49 %. Houve, neste estudo, diferenças significativas ($p < 0,05$) na concentração do elemento de uma localidade para outra analisada. No estudo de SMITH *et al.* (1984) a análise por meio de um espectrômetro de emissão de plasma (ARL ICPQ-137) obteve alta concentração de Na. A concentração de Na no esmalte foi de 5,49 % e na dentina o valor foi de 4,87 %. O estudo de SOREMARK & SAMSAHL (1962), em dentina, por meio da INAA, relatou para o Na o valor de 0,75 %. SOARES *et al.* (2008) e SAIKI *et al.* (2009) determinaram a concentração de Na utilizando a INAA e obtiveram o valor de 0,65 % e 0,68 % em esmalte; 0,53 % e 0,66 % em dentina, respectivamente.

Neste estudo, a concentração de Na (TAB. 5) nos biomateriais a base de fosfato de cálcio Bio-Oss[®] (1,96 %), Cerasorb[®] M Dental (2,00 %) e Osteogen[®] (1,60 %) foi maior do que a concentração apresentada no esmalte e dentina. O biomaterial Straumann[®] Bonoceramic apresentou menor concentração do que no esmalte e dentina cujo valor foi 0,50 %.

MAROCOVIC *et al.* (2004) obtiveram o conteúdo de 0,0031 % de Na nas amostras de hidroxiapatitas sintéticas por meio de análise de Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS).

A concentração de Al na dentina (TAB. 8) foi de 0,026 % (técnica 1); 0,019 % (técnica 2). No esmalte a concentração de Al foi de 0,03 % (técnica 1) e 0,019% (técnica 2). Os biomateriais a base de fosfato de cálcio avaliados neste estudo apresentaram concentração de Al (TAB. 6) superior ao esmalte e dentina, ou seja, Bio-Oss[®] (0,395 %), Cerasorb[®] M Dental (0,320 %), Straumann[®] Bonoceramic (0,360) e Osteogen[®] (0,380 %).

O estudo de LAKAMAA & RYTOMAA (1977) por meio da INAA relatou também a alta concentração de Al no esmalte (240ppm) e na dentina (150ppm) em comparação com outros países. SMITH *et al.* (1984) relataram a concentração de 0,084 % de Al no esmalte utilizando um espectrômetro de emissão de plasma (ARL ICPQ-137). Estes autores observaram que, embora o Al esteja presente em muitos alimentos os baixos níveis em dentina (abaixo do limite de detecção) sugerem que ele não está sistematicamente concentrado no corpo.

MAROCOVIC *et al.* (2004) obtiveram o conteúdo de 0,0029 % de Al nas amostras de hidroxiapatitas sintéticas por meio de análise de Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS).

CRUZ *et al.* (2007) por meio da análise de EDX obtiveram alta concentração de Al no biomaterial Bio-Oss[®] (2,96 %) e hidroxiapatita de osso bovino (44,40 %) sugerindo que osso bovino orgânico não pode ser considerado um material orgânico puro.

No esmalte a concentração de Cl (TAB. 8) foi de 0,33 % (técnica 1) e 0,41 % (técnica 2). A concentração de Cl na dentina foi de 0,041 (técnica 1); 0,036 % (técnica 2). As análises determinaram a presença de Cl em todos os biomateriais a base de fosfato de cálcio, ou seja, Bio-Oss[®] (0,15 %), Cerasorb[®] M dental (0,10 %), Straumann[®] Boneceramic (0,054 %) e Osteogen[®] (0,057 %).

No estudo de LAKAMAA & RYTOMAA (1977) o Cl apresentou, para o esmalte, o valor de 0,38 % e para a dentina 0,27 % utilizando-se a INAA. Houve neste estudo diferenças significativas ($p < 0,05$) na concentração do elemento de uma localidade para outra analisada. SOREMARK & SAMSAHL (1962) relataram a concentração de 0,39 % de Cl na dentina utilizando a INAA. SOARES *et al.* (2008) determinaram a concentração de 0,657 % em esmalte e 0,0798 % em dentina. SAIKI *et al.* (2009) apresentaram o valor de 0,33 % em esmalte e 0,108 % em dentina.

A concentração de Mg foi consideravelmente maior na dentina (TAB. 8), 0,69% (técnica 1) e 0,55 % (técnica 2) , do que no esmalte, 0,22 % (técnica 1) e 0,20 % (técnica 2). Estes valores estão em concordância com LAKOMAA & RYTOMAA (1977), SMITH *et al.* (1984), LEGEROS (1991), SOARES *et al.* (2008) e SAIKI *et al.* (2009). O Mg está associado principalmente com a matriz orgânica, ligado à superfície em cristais de apatita biológica e sua incorporação à apatita é muito limitada. A dentina é mais porosa que o esmalte e assim, facilita a absorção de elementos. Tecidos de dentina com lesões cáries mostraram menos conteúdo de Mg do que em dentina sadia (SAIKI *et al.*, 2009). O Mg é hábil em substituir facilmente o Ca na estrutura do dente, a qual é primariamente a hidroxiapatita.

As análises por EDX (TAB. 5) determinaram a presença de Mg em três biomateriais a base de fosfato de cálcio analisados, ou seja, Bio-Oss[®] (0,30 %), Cerasorb[®] M Dental (0,08 %), Straumann[®] Boneceramic (0,28%).

MAROCOVIC *et al.* (2004) obtiveram o conteúdo de 0,0029 % de Mg nas amostras de hidroxiapatitas sintéticas.

No esmalte (TAB. 8) a concentração de Zn foi de 0,02 % (técnica 1 e técnica 2). A concentração de Zn na dentina foi de 0,018 % (técnica 1); 0,013 % (técnica 2). As análises por EDX (TAB. 5) determinaram a presença de Zn em dois biomateriais a base de fosfato de cálcio analisados, ou seja, Bio-Oss[®] (0,01 %), Cerasorb[®] M Dental (0,01 %).

SMITH *et al.* (1984) relataram a concentração de Zn de 0,104 % no esmalte e 0,025 % na dentina, utilizando um espectrômetro de emissão de plasma (ARL ICPQ-137). No estudo de LAKAMAA & RYTOMAA (1977) a concentração de Zn foi, para o esmalte, de 0,000190 %. Houve neste estudo diferenças significativas ($p < 0,05$) na concentração do elemento de uma localidade para outra analisada, sendo que determinada região apresentou valores 3 vezes maior. SOREMARK & SAMSAHL (1962) relataram a concentração de 0,0199 % de Zn utilizando a INAA. SOARES *et al.* (2008) determinaram a concentração de 0,0202 % em esmalte e 0,0174 % em dentina. SAIKI *et al.* (2009) apresentaram o valor de 0,0186% em esmalte e 0,0119 % em dentina.

MAROCOVIC *et al.* (2004) obtiveram o conteúdo de 0,0009 % de Zn nas amostras de hidroxiapatitas sintéticas.

Neste estudo, também, foi observada a presença de W na dentina (TAB. 8) cuja concentração foi de 0,016 % (técnica 1) e 0,062 % (técnica 2) e no esmalte (TAB. 8) a concentração de 0,005 % (técnica 1) e 0,070 % (técnica 2). A presença de W foi observada apenas no biomaterial dental Cerasorb[®] M Dental (TAB. 6) determinado por meio de INAA, com a concentração de 0,0003%.

SOREMARK & SAMSAHL (1962) também relataram a presença de W na dentina (0,00026 %). Estes autores declararam que este elemento é encontrado em estudos piloto de cartilagem e osso.

No esmalte, a concentração de Co (TAB. 8) foi de 0,001 % (técnica 1); e 0,020 % (técnica 2). A concentração de Co na dentina foi de 0,004 % (técnica 1); 0,016 % (técnica 2). SMITH *et al.* (1984) relataram a concentração de 0,007 % de Co no esmalte utilizando um espectrômetro de emissão de plasma (ARL ICPQ-137). Na dentina a concentração apresentou-se abaixo dos limites de detecção.

No esmalte (TAB. 8), a concentração de Ta foi de 0,002 % (técnica 1) e 0,0003 % (técnica 2). A concentração de Ta na dentina foi de 0,005 % (técnica 1) e 0,003 % (técnica 2).

MAROCOVIC *et al.* (2004) avaliaram traços de constituintes das amostras de hidroxiapatitas com frações de massa acima de 0,0005 % (>5 ppm). Os autores obtiveram o conteúdo de Si (0,0150 %), Ba (0,0024 %), B (0,0015 %), Sr (0,0044 %), nas amostras de hidroxiapatitas sintéticas por meio de análise de Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS).

O biomaterial Cerasorb[®] M Dental (TAB. 6) apresentou traços de elementos como V (0,00125 %), Mn (0,0505 %), Br (0,00115 %), La (0,00053 %), Sm (0,000113 %), Eu (0,0000205 %), não encontrados nas amostras de esmalte e dentina e nos biomateriais Bio-Oss[®], Straumann[®] Boneceramic e Osteogen[®].

Por meio da Análise de Espectroscopia de Energia dispersiva de raios X (TAB. 5) foi encontrado o elemento Fe nos biomateriais Bio-Oss[®] (0,01 %), Boneceramic[®] (0,02%) e Osteogen[®] (0,01%).

O elemento K foi encontrado nos biomateriais Cerasorb[®] M Dental (0,03 %), Straumann[®] Boneceramic (0,02 %), por meio da Análise por ativação Neutrônica.

Todos os biomateriais apresentaram em sua composição o S, ou seja, Bio-Oss[®] (0,21 %), Cerasorb[®] M Dental (0,17 %), Straumann[®] Boneceramic (0,33 %) e Osteogen[®] (0,20 %), apresentado na TAB. 5, determinado por meio da Análise de Espectroscopia de Energia dispersiva de raios X.

O elemento Sr, como mostrou a TAB. 5, foi encontrado nos biomateriais Bio-Oss[®] (0,05 %), Cerasorb[®] M Dental (0,04 %), Straumann[®] Boneceramic (0,02 %).

A presença de W, Ta e Co nas amostras de esmalte (TAB. 8) e dentina podem ser atribuídas aos procedimentos de preparo das amostras e a variações biológicas possivelmente associadas à presença destes elementos no meio ambiente. Não há conclusões que possam afirmar a relação entre as técnicas de separação do esmalte e dentina e a contaminação da amostra.

A concentração de N no esmalte foi de 0,22 % (técnica 1) e 0,32 % (técnica 2) e na dentina a concentração foi de 3,72 % (técnica 1); 3,96 % (técnica 2), apresentados na TAB. 7 e determinados pela AE. No estudo de LITTLE & CASCIANI (1966) por meio da análise química a concentração de N no esmalte apresentou o valor de 0,056 %. Todos os biomateriais não apresentaram N em sua concentração.

A concentração de C no esmalte, utilizando a AE (TAB. 7), foi de 1,08% (técnica 1) e 1,36 % (técnica 2) e na dentina a concentração foi de 11,42 % (técnica 1) e 11,84 % (técnica 2). O valor de C nos biomateriais Bio-Oss[®], Straumann[®] Boneceramic e Osteogen[®] foi de 1,12 %, 0,12 % e 0,23 %, respectivamente.

LITTLE & CASCIANI (1966) determinaram por meio da termogravimetria a concentração de C no esmalte correspondente à perda de peso entre 700 e 900^o C no valor de 0,56 %.

HOLAGER (1972) utilizando os mesmos padrões termogravimétricos do seu estudo de 1970 determinou os valores médios de C no esmalte de 0,57 % e 1,15 % na dentina.

A concentração de H no esmalte, utilizando a análise elementar (TAB. 7), foi de 0,92 % (técnica 1) e 1,01 % (técnica 2) e na dentina a concentração foi de 2,10 % (técnica 1); 2,48 % (técnica 2). O valor de H nos biomateriais Bio-Oss[®], Straumann[®] Boneceramic e Osteogen[®] foi de 0,38 %, 0,03 % e 0,39 %, respectivamente.

HOLAGER (1972) utilizando os mesmos padrões termogravimétricos do seu estudo de 1970 para o esmalte e dentina determinou os valores médios de H no esmalte de 0,189 % e 1,08 % na dentina.

LITTLE & CASCIANI (1966) determinaram 0,056 % de N em esmalte. Não há dados na literatura referente à concentração destes elementos em biomateriais dentais.

A porcentagem de oxigênio (O) no esmalte e dentina foram calculados somando-se as porcentagens de todos os demais elementos determinados pelos diferentes métodos descritos, sendo que esta se encontra presente na hidroxiapatita (FERREIRA *et al.*, 2009). Estes dados foram considerados observando-se os dados presentes na literatura referentes à concentração de O no tecido ósseo (RAO *et al.*, 1895; YANG *et al.*, 1987; PARTHASARADHI *et al.*, 1989).

OKTAR *et al.* (1999) avaliaram a hidroxiapatita derivada de esmalte e dentina e obtiveram a razão molar Ca/P de 2,03 e 2,02, respectivamente, por meio de análise química dos materiais.

OOI *et al.* (2007) avaliaram as propriedades da hidroxiapatita porosa produzida pelo tratamento térmico de osso bovino entre 400° e 1200° C por meio de espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX) determinaram a presença de elementos como Ca, P, Na e Mg. Segundo os autores outros materiais não puderam ser identificados devido ao seu baixo conteúdo por meio do EDX. Outros fatores que afetaram a razão Ca/P são a temperatura de aquecimento e condução (com ou sem pressão de água). Como a rede de cristais apresentam componentes da hidroxiapatita tais como Ca^{2+} , OH^- , PO_4^{3-} que podem sofrer trocas por outros íons, observa-se que a composição de traços de elementos variam consideravelmente no osso dependendo da nutrição e taxa de *turnover* do mineral. A razão Ca/P variou de acordo com o tratamento térmico aplicado à hidroxiapatita, sendo maior em temperaturas menores e diminuindo à medida que aumentam a temperatura de aquecimento, associado à decomposição da hidroxiapatita para formar B-TCP e demonstrado pela análise de XRD.

TRAINI *et al.* (2008) determinaram por meio de EDX a concentração de Ca e P em osso bovino inorgânico de amostras retiradas em pacientes após procedimentos cirúrgicos de elevação do seio maxilar. Os resultados da razão Ca/P foi 1,9 (± 3) para o osso bovino inorgânico e 1,4 ($\pm 0,04$), média de seis locais onde se localizavam osso humano ou osso bovino inorgânico.

MARCOVIC *et al.* (2004) determinaram a caracterização físico-químico da hidroxiapatita elemental e obtiveram a razão Ca/P de 1,664 ($\pm 0,005$). Este valor se apresenta 0.2% abaixo do valor estequiométrico de 1,6667.

Neste estudo, a razão Ca/P foi maior no material Bio-Oss® (1,8) e menor no esmalte (técnica 1) (1,39). Sugere-se que este menor valor seja devido ao preparo do esmalte e dentina para as análises, os quais foram aquecidos em estufa. Os valores da razão Ca/P nos biomateriais Cerasorb® M Dental (1,69), Straumann® Boneceramic (1,65) e Osteogen® (1,62) foram próximos ao valor estequiométrico.

As diferenças entre as duas técnicas de separação de esmalte e dentina investigadas foram estatisticamente significantes ($p < 0,05$) para todos os elementos exceto Cl nas amostras de esmalte e Ca nas amostras de dentina ($p > 0,05$).

5.2 Espectros de energia de raios X transmitido utilizando os espécimes de esmalte e dentina como atenuadores

As FIG. 16 a 25 apresentam os espectros de energia de raios X transmitidos utilizando os feixes de radiação RQR 2, RQR 3, RQR 4, RQR 5, RQR 7, através das diferentes espessuras dos espécimes de dentina e esmalte que variaram de 0,065 cm a 0,332 cm e 0,040 cm a 0,315 cm, respectivamente.

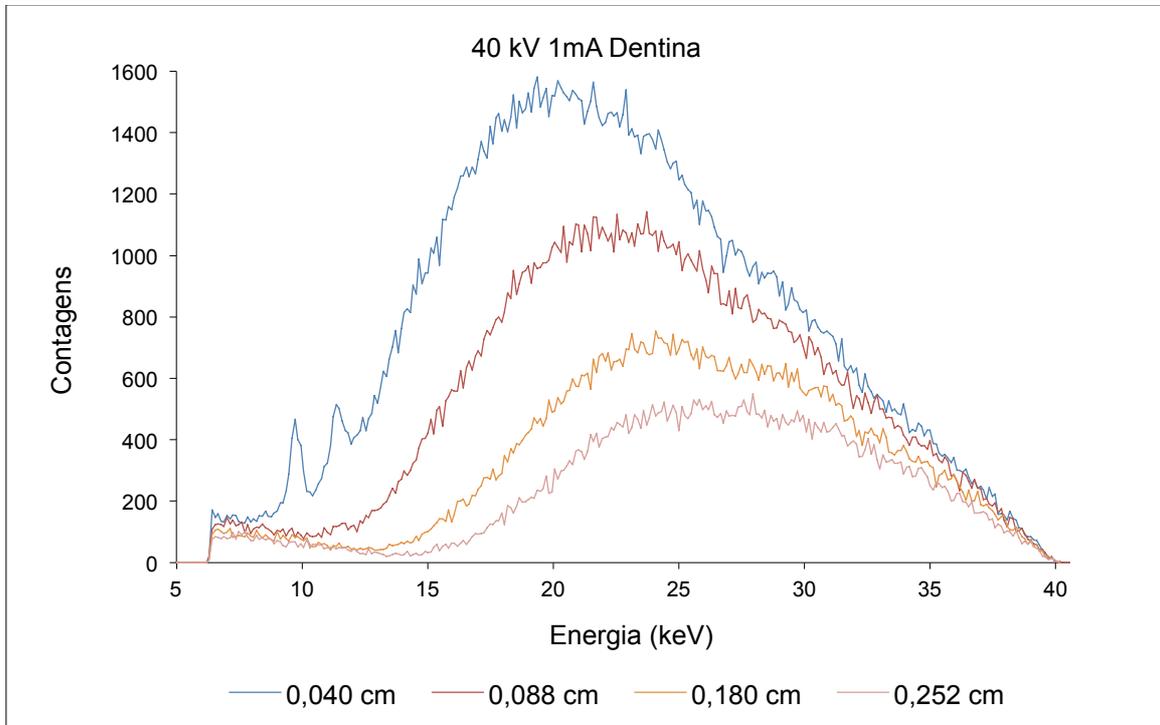


FIGURA 16 – Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de dentina, utilizando o feixe de radiação RQR 2.

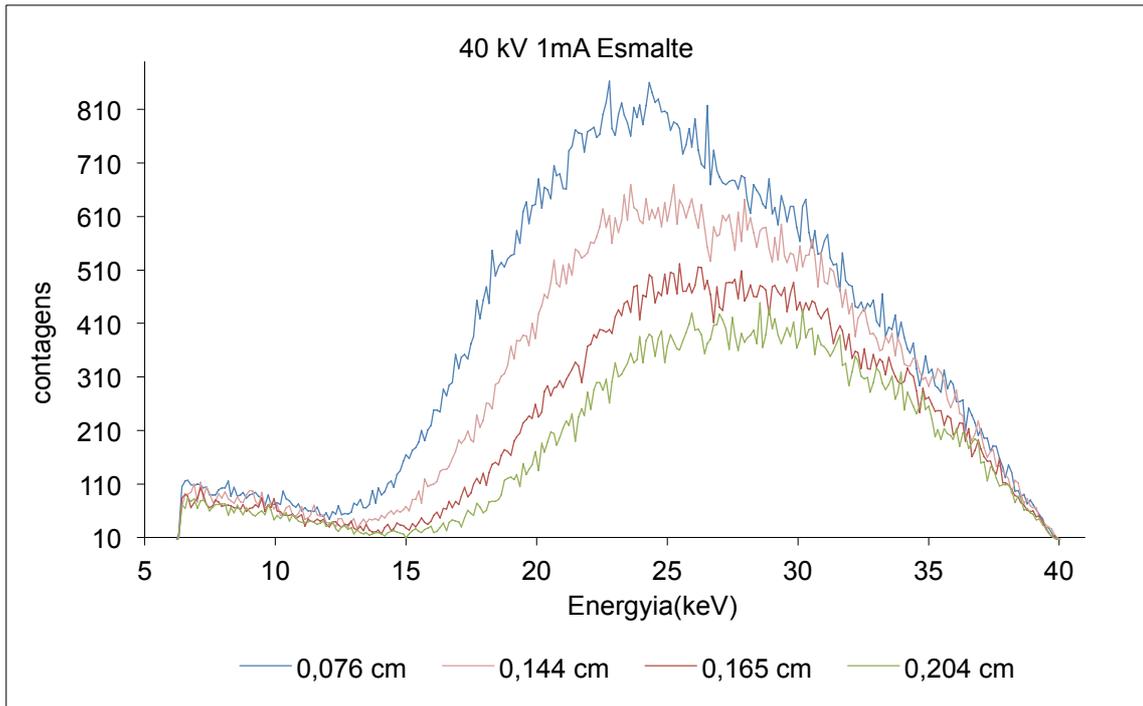


FIGURA 17– Espectros de feixes de raios X, transmitidos através de diferentes espessuras de esmalte, utilizando o feixe de radiação RQR 2.

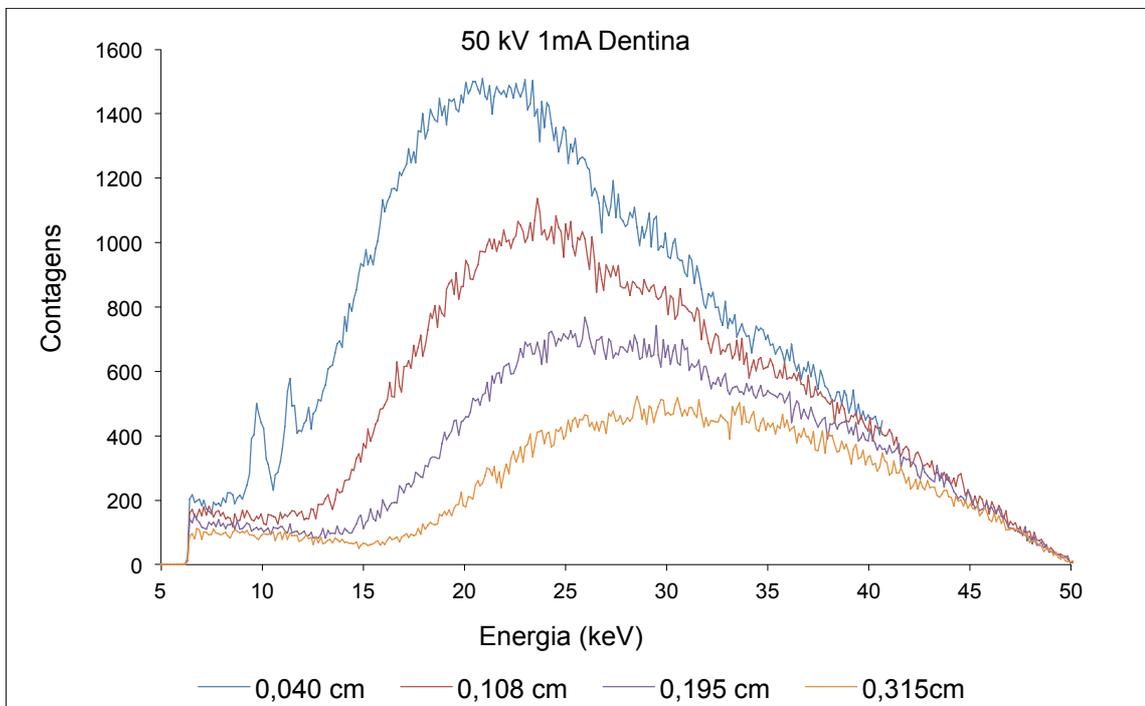


FIGURA 18 – Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de dentina, utilizando o feixe de radiação RQR 3.

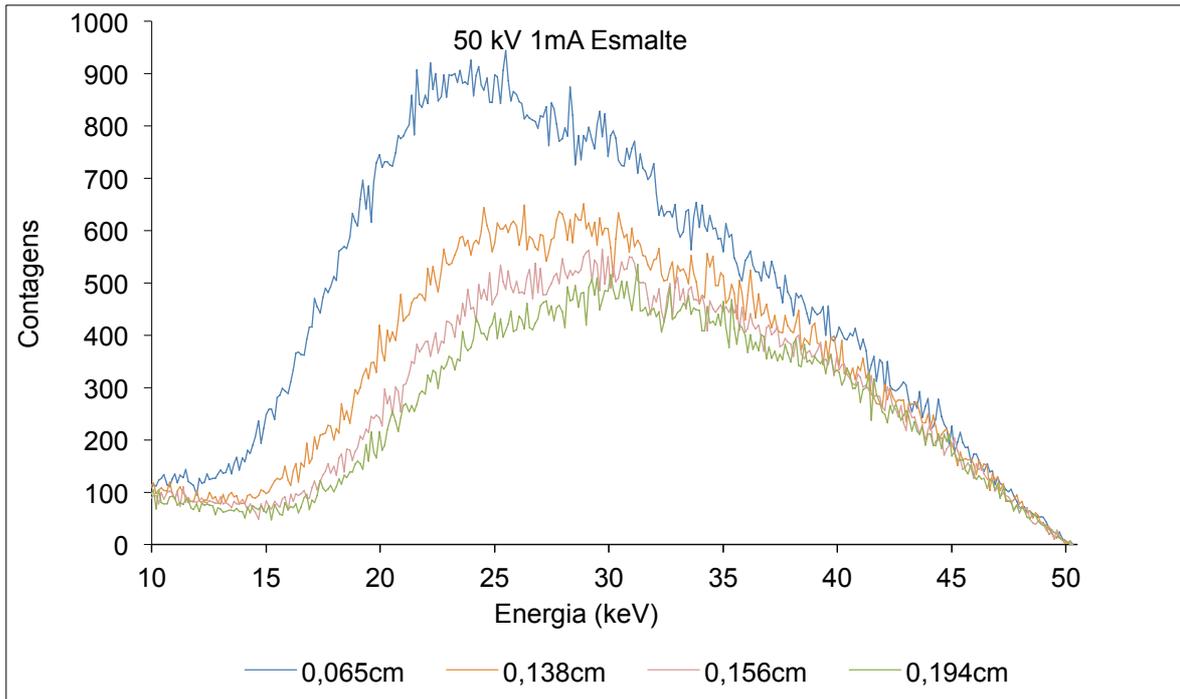


FIGURA 19 – Espectros de feixes de raios X transmitidos através diferentes espessuras de esmalte, utilizando o feixe de radiação RQR 3.

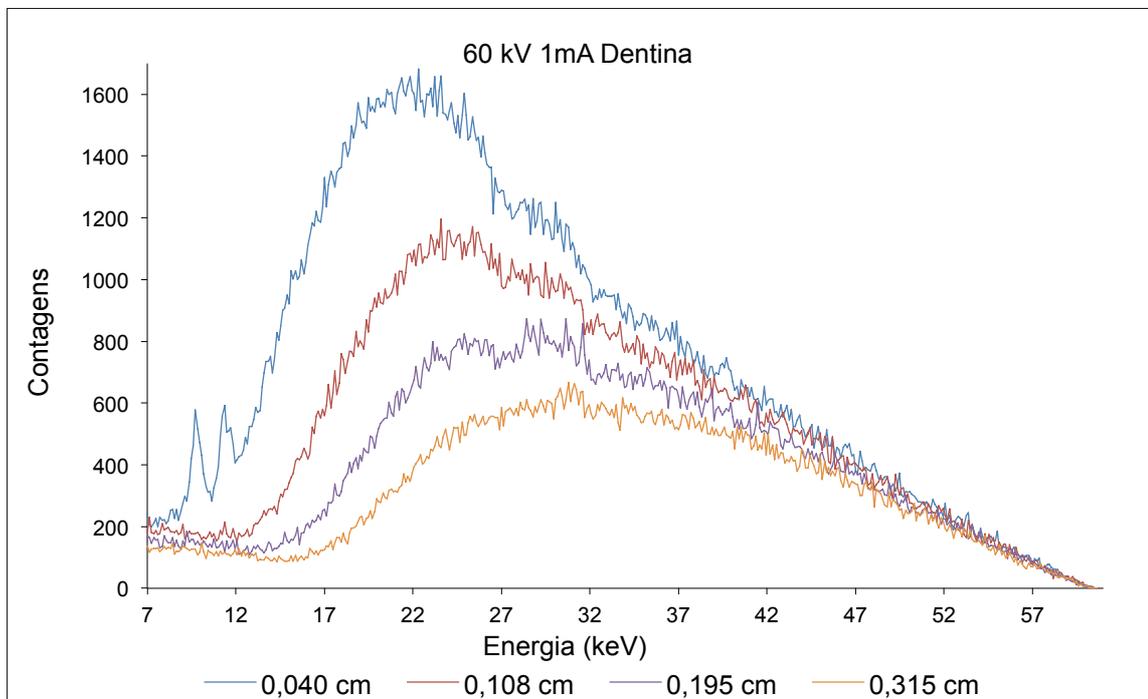


FIGURA 20 – Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de dentina, utilizando o feixe de radiação RQR 4.

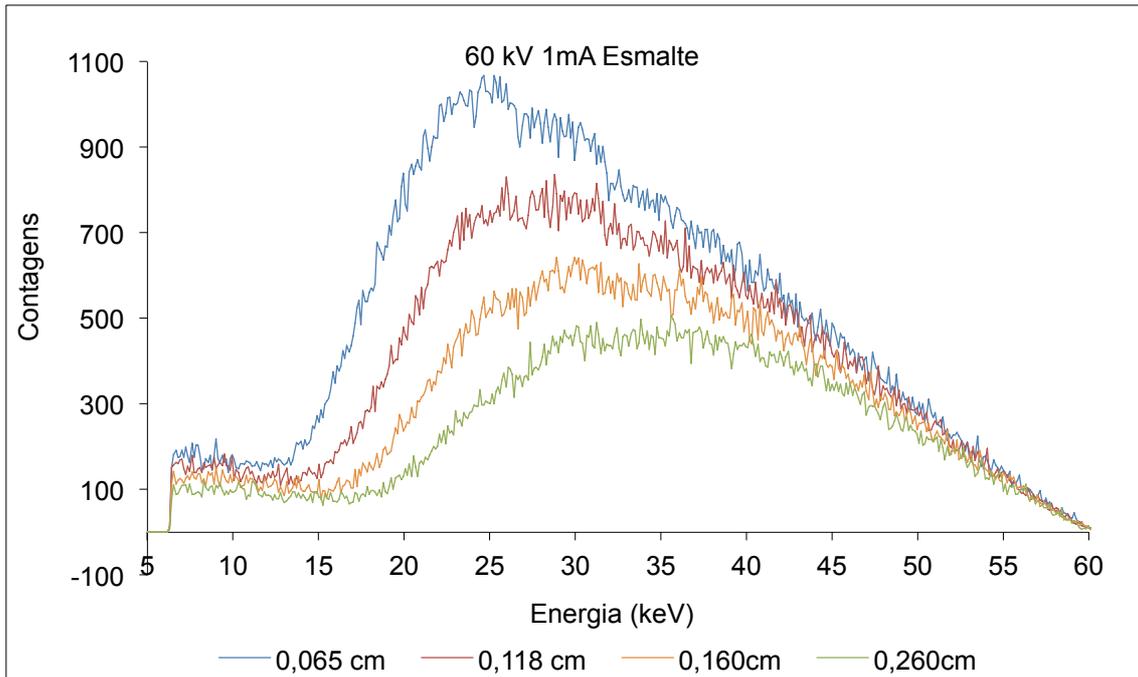


FIGURA 21 – Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de esmalte, utilizando o feixe de radiação RQR 4.

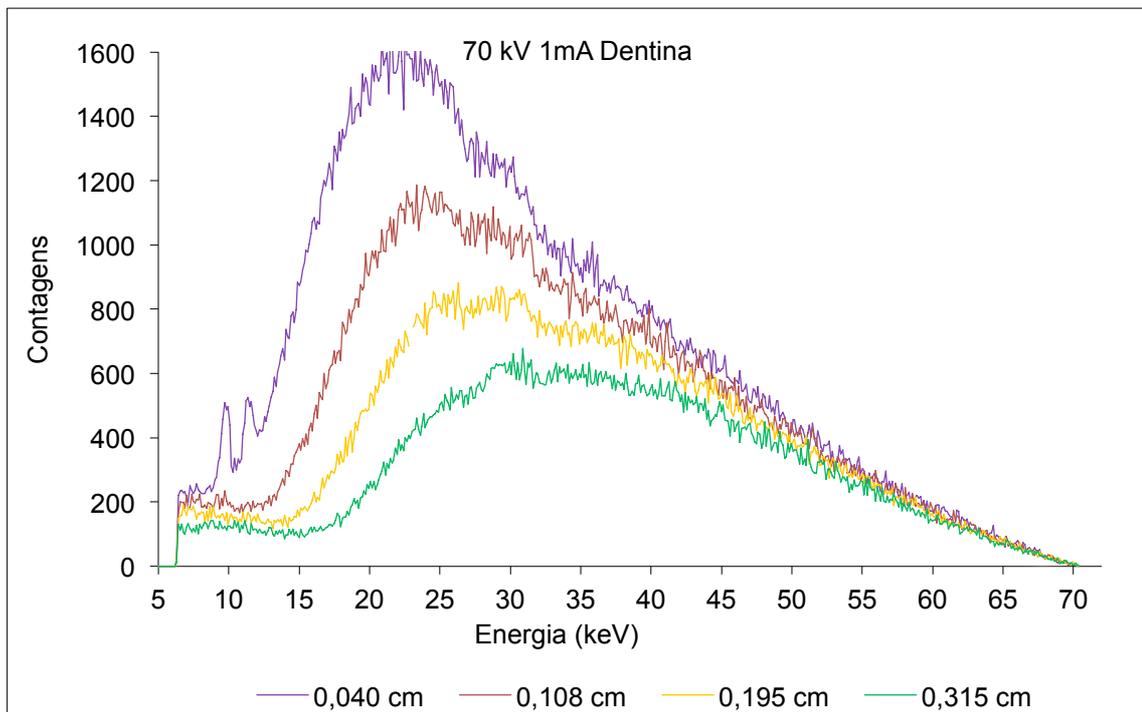


FIGURA 22 – Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de dentina, utilizando o feixe de radiação RQR 5.

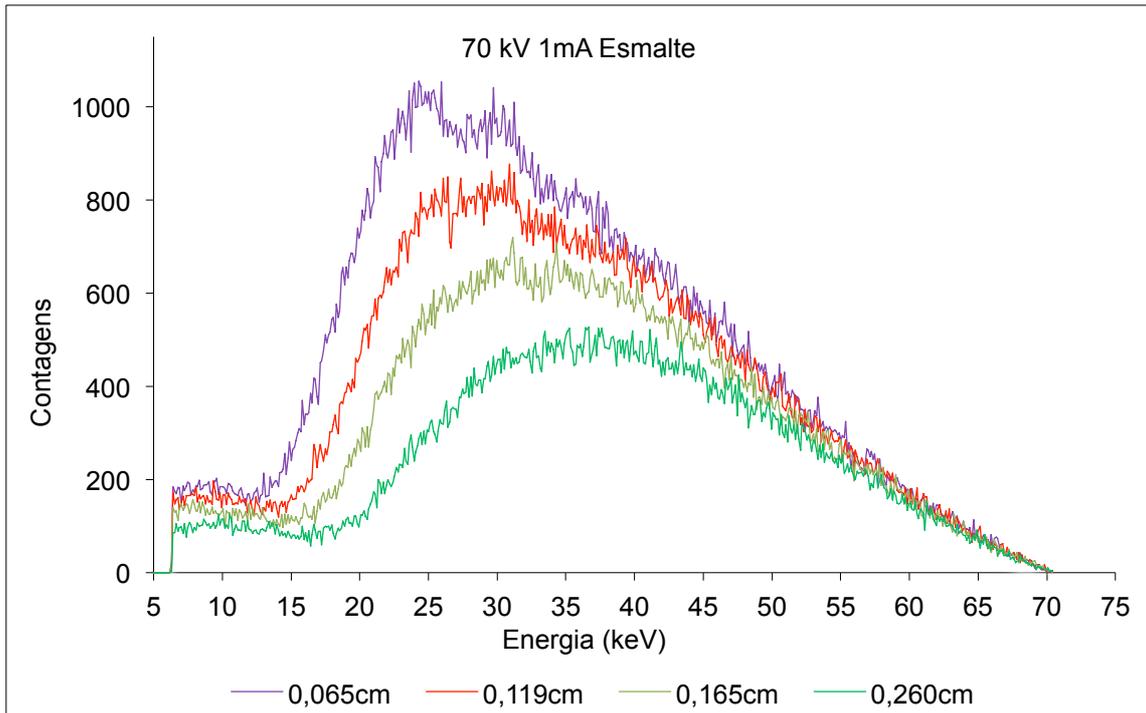


FIGURA 23 – Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de esmalte, utilizando o feixe de radiação RQR 5.

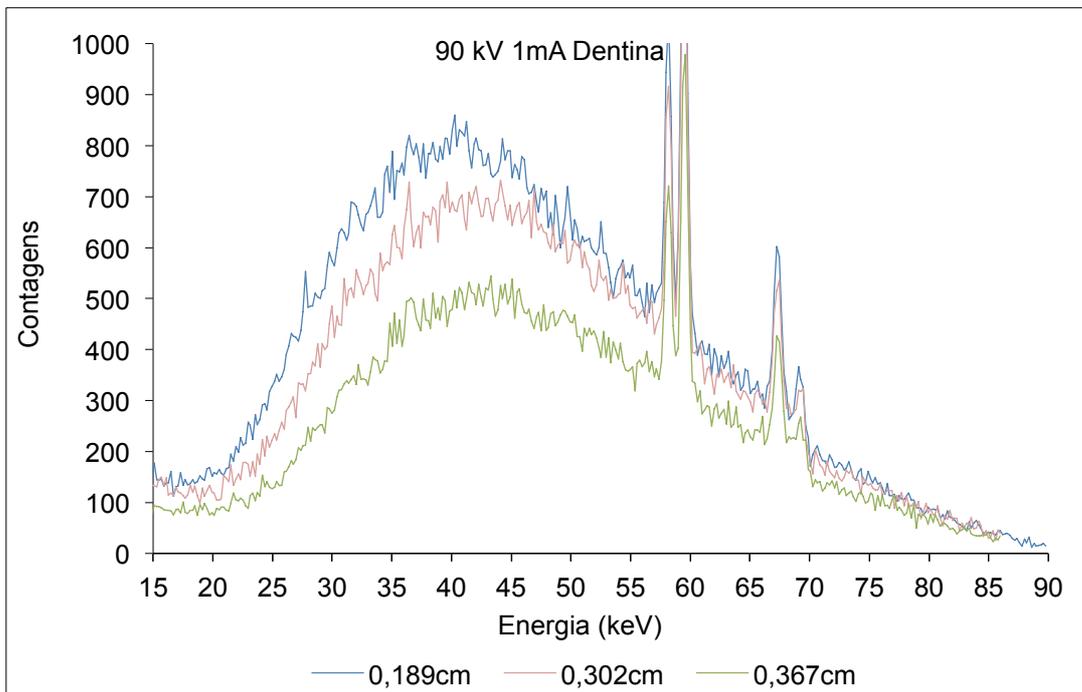


FIGURA 24- Espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras de dentina utilizando o feixe de radiação RQR7.

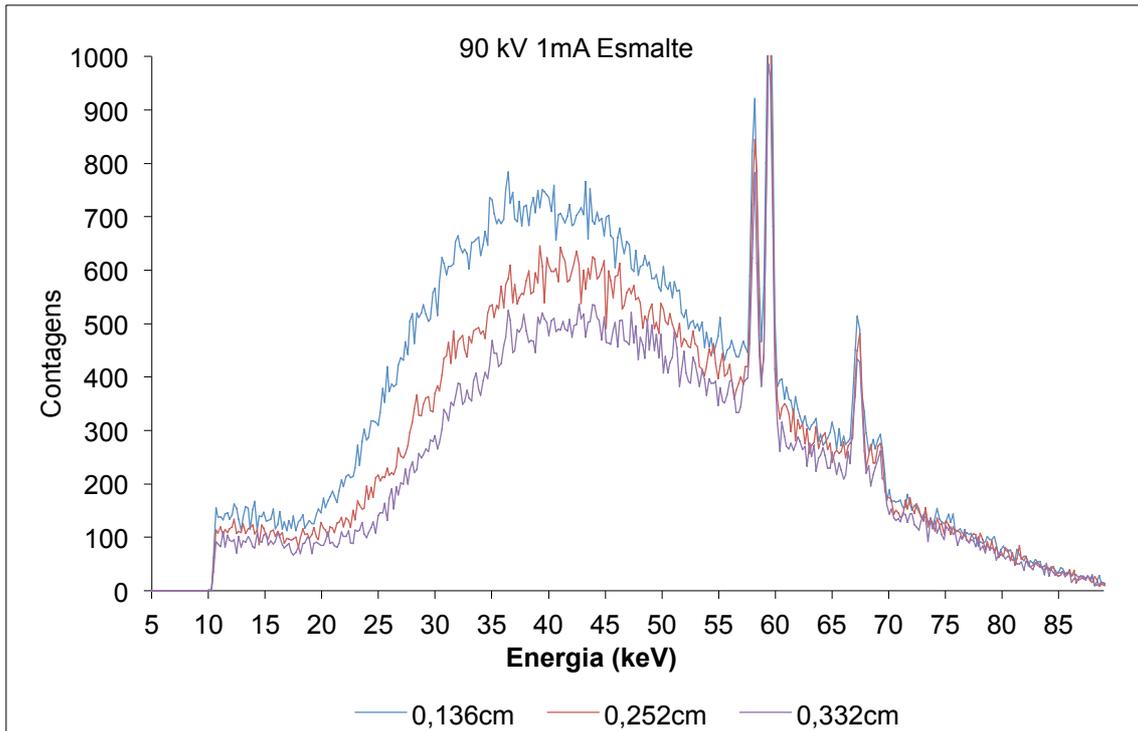


FIGURA 25- Espectros de feixes de raios X a 90 kV transmitidos através de diferentes espessuras de esmalte utilizando o feixe de radiação RQR 7.

As características do espectro de energia de raios X transmitido apresentadas pelas FIG. 16 a 25 mostraram que ocorreu diferença no poder de penetração do feixe na matéria e na distribuição do espectro.

Observou-se, na FIG. 16, que o espectros de feixes de raios X transmitidos através de diferentes espessuras do esmalte utilizando o feixe de radiação RQR 2 tem energia média superior àquele transmitido através da dentina – FIG. 17, utilizando os mesmos parâmetros. O mesmo comportamento foi apresentado nos espectros de feixes de raios X transmitidos utilizando os feixes de radiação RQR 3, RQR 4, RQR 5, RQR 7, através das diferentes espessuras dos espécimes de dentina e esmalte - FIG. 18 a 25, comparando-se as medidas em diferentes espessuras de esmalte e dentina. A variação da composição química das amostras, as diferentes espessuras dos espécimes e a maior densidade do esmalte em relação à dentina podem ser consideradas fatores determinantes para este comportamento.

De acordo com este estudo e segundo LAKAMAA & RYTOMAA, 1977; KOÇ & OZYOL, 2000 o esmalte e a dentina apresentam em sua composição maior concentração de Ca e P; conseqüentemente, sua interação com fótons de baixa energia é esperada ser diferentes de outras amostras biológicas.

Na literatura não são encontrados dados utilizando o esmalte e a dentina como atenuadores. No estudo de IÇELLI & ERZENEGLU (2004) foi mostrado que as diferentes espessuras, a composição química e molecular dos materiais e o ambiente térmico afetam os resultados experimentais em medidas de espectros de energia do feixe transmitido em materiais compostos para a determinação do número atômico efetivo. Estes autores utilizaram em seu experimento compostos de vanádio e níquel para a determinação do coeficiente de atenuação mássico.

De acordo com HAN & DEMIR (2009), para fótons de baixas energias, a dependência do número atômico é dominante quando ocorre a interação de fótons com a matéria. Portanto, o conhecimento da pureza do material e da composição das ligas e misturas é requerido com o objetivo de se obter dados experimentais e valores calculados mais precisos e confiáveis.

A FIG. 26 apresenta a CSR para feixes de raios X para valores de tensão de 40 a 90 kV que foram determinadas utilizando o esmalte e a dentina como atenuadores. Estes resultados mostram que o valor da CSR é maior para a dentina do que para o esmalte; isto confirma a densidade maior do esmalte ($3,0 \text{ g/cm}^3$) em relação à dentina ($2,33 \text{ g/cm}^3$) determinada neste estudo (item 4.9). As espessuras dos atenuadores de esmalte e dentina e a geometria do arranjo experimental na determinação da CSR podem ter contribuído para a variação dos valores obtidos em relação à tensão empregada, como avaliado no estudo de LACERDA et al., 2007.

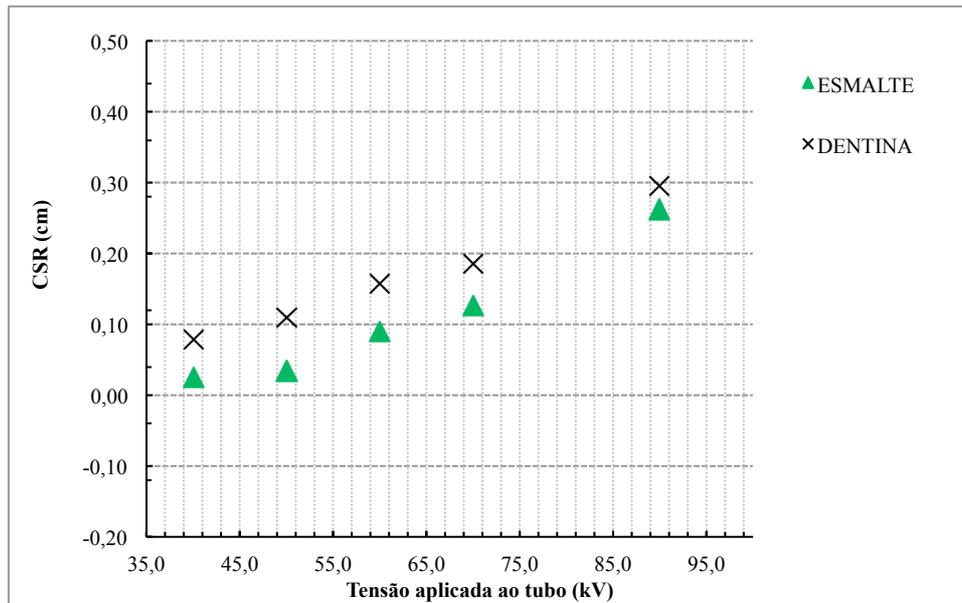


FIGURA 26 – Camada semi redutora (CSR) de feixes de raios X a uma tensão de 40 a 90 kV determinadas utilizando esmalte e dentina como atenuadores

5.3 Coeficientes de atenuação mássico (μ/p) experimental (A) e teórico (WinXCOM) das amostras de esmalte e dentina

As concentrações dos elementos obtidas por meio das análises das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais são apresentadas na TAB. 10 e 11 e foram utilizadas para o cálculo dos valores teóricos dos coeficientes de atenuação mássico (μ/p) determinados pelo programa WinXCOM.

Neste estudo, considerou-se os elementos que apresentaram o número atômico na faixa de 1 a 20. A maioria destes elementos se encontra presente nas amostras avaliadas e em geral nos tecidos biológicos (RAO et al, 1985).

TABELA 10
Composição (%) do esmalte, dentina considerados neste trabalho

Composição	Massa Atômica	Número Atômico	Esmalte 1	Dentina 1	Esmalte 2	Dentina 2
Elementos	G	Z	%	%	%	%
H	1,00	1	0,92	2,10	1,01	2,48
C	12,01	6	1,08	11,42	1,36	11,84
O	15,90	8	43,23	45,79	43,43	44,72
N	14,01	7	0,22	3,72	0,32	3,96
Na	22,99	11	0,77	0,62	0,75	0,60
Mg	24,31	12	0,22	0,69	0,20	0,55
Al	26,98	13	0,03	0,03	0,02	0,02
Si	28,08	14	-	-	-	-
P	30,97	15	18,20	12,60	17,50	11,00
S	32,06	16	-	-	-	-
Cl	35,45	17	0,33	0,041	0,41	0,036
K	39,10	19	-	-	-	-
Ca	40,06	20	35,00	23,00	35,00	24,80

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas.

TABELA 11
Composição (%) dos biomateriais a base de fosfato de cálcio considerados neste trabalho

Composição	Massa Atômica	Número Atômico	Bio-Oss®	Cerasorb® M Dental	Straumann Bonoceramic®	Osteogen®
Elementos	G	Z	%	%	%	%
H	1,00	1	0,38	-	0,03	0,39
C	12,01	6	1,12	-	0,12	0,23
O	15,90	8	37,98	38,85	41,47	39,83
N	14,01	7	-	-	-	-
Na	22,99	11	1,96	2,00	0,50	1,60
Mg	24,31	12	0,30	0,08	0,28	-
Al	26,98	13	0,39	0,32	0,36	0,38
Si	28,08	14	1,20	1,37	1,21	1,26
P	30,97	15	16,71	17,69	17,58	17,88
S	32,06	16	0,21	0,17	0,33	0,20
Cl	35,45	17	0,15	0,10	0,05	0,06
K	39,10	19	-	0,03	0,02	-
Ca	40,06	20	39,59	39,39	38,10	38,17

A TAB. 12 apresenta o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) determinado pela inclinação da curva do logaritmo da intensidade transmitida versus a espessura das amostras de esmalte e dentina (experimental A) e o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) determinado pelo programa WinXCOM dos espécimes de esmalte e dentina.

TABELA 12

Coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental A e teórico (Win XCOM) do esmalte e da dentina para as energias de 25,8 a 46,2 keV

Espécimes	Tensão (kV)	Energia média (keV)	μ/ρ ($\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)		
			Experimental A	Teórico (WinXCOM)	
				1	2
Esmalte	40	26,5	2,174	2,706 (19,6)	2,693 (19,3)
	50	30,5	1,582	1,838 (13,9)	1,830 (13,5)
	60	34,8	1,261	1,296 (2,7)	1,291 (2,3)
	70	38,4	1,094	1,008 (-6,3)	1,005 (-8,9)
	90	46,2	0,603	0,653 (7,7)	0,651 (7,4)
Dentina	40	25,8	2,175	2,069 (-5,1)	2,137 (-1,8)
	50	30,2	1,395	1,357 (-2,8)	1,400 (0,4)
	60	32,6	1,063	1,119 (5,0)	1,153 (7,8)
	70	34,4	0,938	0,983 (4,6)	1,013 (7,4)
	90	46,1	0,477	0,509 (6,2)	0,521 (8,5)

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas

Diferença (%) entre o valor teórico e o experimental, entre parênteses.

A TAB. 12 mostra que a diferença (%) entre o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) teórico (WinXCOM) e o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental (A) foi entre +19,6 a -6,3 % (método de separação 1) e + 19,3 e - 8,9 % (método de separação 2) para o esmalte e entre +6,5 a -5,1 % (método de separação 1) e +8,5 a -1,8 % (método de separação 2) para a dentina.

O coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) da dentina em relação ao esmalte apresentou de um modo geral, uma menor variação entre o valor experimental e o valor teórico. Este comportamento pode ser atribuído às variações da composição química das amostras provenientes das técnicas de análises para determinação da composição do esmalte e dentina (HAN & DEMIR, 2009; CEVIK *et al.*, 2008; POLAT e IÇELLI, 2010). Outro fator pode ser atribuído à utilização da regra da mistura pelo programa WinXCOM que negligencia a interação dos átomos nos compostos, como observado por, PARTHASARADHI *et al.* (1989), POLAT e IÇELLI (2010). O Programa WinXCOM é baseado na regra da mistura que fornece o coeficiente de atenuação de massa de qualquer substância pela soma das contribuições em peso dos átomos individuais.

O coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental avaliado por KERUR *et al.* (2009) em amostras de mono e dissacarídeos, nas energias de fótons de 8,1 a 32,9 keV, apresentaram concordância com os valores teóricos determinados pelo programa WinXCOM nas faixas de maior energia, entretanto, para baixas energias de fótons os valores apresentaram diferenças em torno de 5 %.

No estudo de OZDEMIR & KURUDIREK (2009), o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) apresentou, em geral, concordância entre o valor experimental e o valor teórico. Segundo estes autores a regra da mistura é aplicável para os compostos avaliados e na energia do fóton incidente de 59,54 keV.

MORABAD & KERUR (2010) avaliaram o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) de plantas medicinais e encontraram a diferença entre o valor experimental e teórico entre 3% a 16%. Esta variação entre o valor experimental e teórico é decorrente da dificuldade em se determinar a composição química das amostras com confiabilidade. Mas, segundo os autores, embora a interação do fóton seja com os

elementos individuais, o coeficiente de atenuação mássico fornece informações da amostra como um todo.

A incerteza dos dados experimentais, neste estudo, referiu-se à intensidade incidente (I) e transmitida (I_0), espessuras das amostras (t) e contagens estatísticas, sendo este valor estimado menor que 7,1 % para o esmalte e 3,7 % para a dentina e podem, também, ter contribuído para as variações entre o valor experimental e o valor teórico do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) calculado. CEVIK *et al.* (2008) calcularam a incerteza total dos valores experimentais para a medida do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) em relação à intensidade incidente (I) e transmitida (I_0), espessuras das amostras (t) e contagens estatísticas e obtiveram valores entre 4 a 6 %. OZDEMIR & KURUDIREK (2009) estimaram a incerteza em menor do que 5 % ao medirem o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) em compostos orgânicos e inorgânicos. Os valores do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) do esmalte e dentina foram utilizados para traçar os gráficos apresentados pelas FIG. 27 e 28.

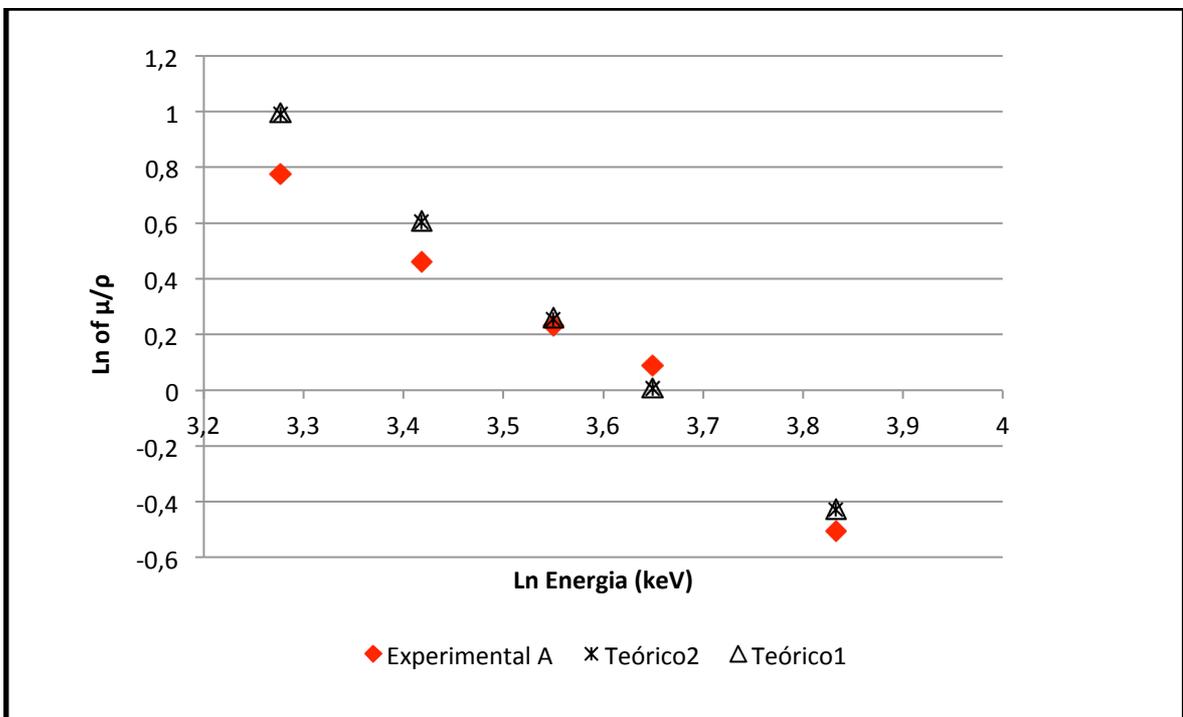


FIGURA 27- \ln (μ/ρ) em função do \ln (E) nos espécimes de esmalte

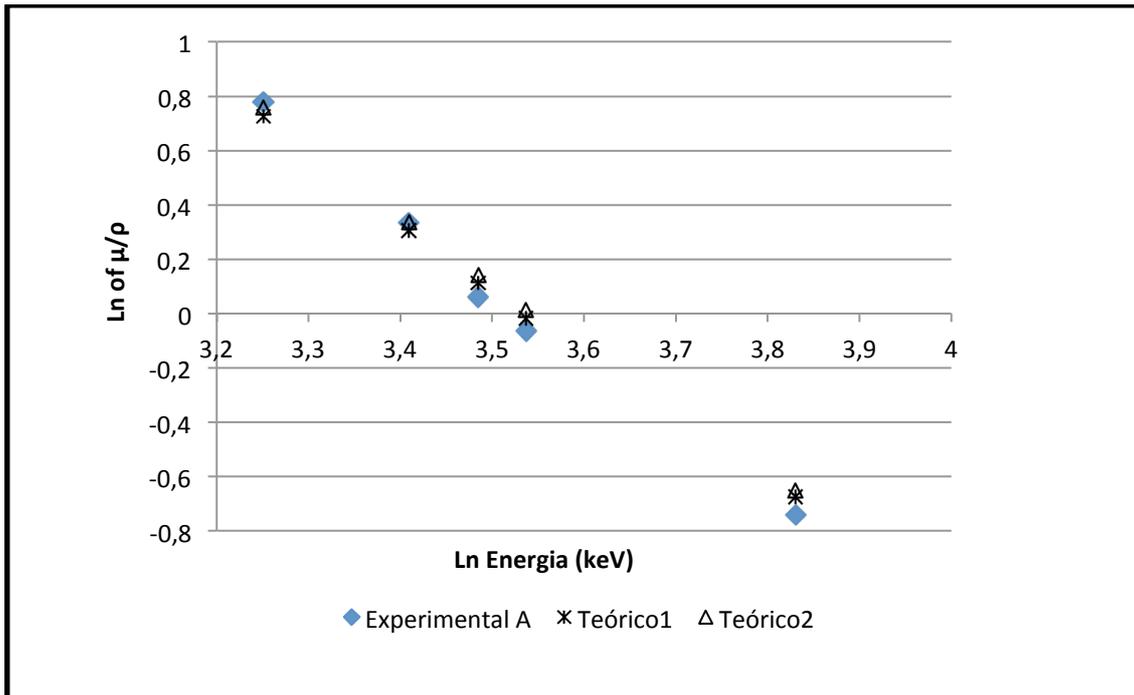


FIGURA 28- Ln (μ/ρ) em função do Ln (E) nos espécimes de dentina

O coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) dos espécimes de esmalte e dentina diminuiu com o aumento da energia. Os gráficos do ln da energia (E) em função do ln do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) mostram a variação do coeficiente de atenuação mássico do esmalte e da dentina com a energia, sugerindo, que as amostras foram uniformemente preparadas para as energias avaliadas e demonstra a dependência do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) com a energia do fóton em concordância com KAGINELLI *et al.* (2009) em estudos com materiais biológicos a base de sulfato. Esta variação foi observada no estudo de MORABAD & KERUR (2010) que avaliaram o coeficiente de atenuação mássico em diferentes plantas medicinais, no estudo de KOÇ & OZYOL (2000) com materiais biológicos (ex. água e músculo) e no estudo de HAN & DEMIR (2009) que avaliaram ligas de Ti e Ni. Segundo KERUR *et al.*, 2009, esta metodologia pode ser utilizada para medir o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) de qualquer material mesmo utilizando detectores de baixa resolução.

Segundo CEVIK *et al.* (2008), para baixas energias, onde os processos de interação fotoelétrica e sua dependência com o número atômico é predominante, o conhecimento da composição dos compostos é requerido para a obtenção dos dados experimentais e teóricos. Nas FIG. 27 e 28 observa-se que os resultados experimentais apresentam-se consistentes com os dados teóricos.

5.4 Coeficientes de atenuação mássico (μ/ρ) experimental (B) e teórico (WinXCOM) das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio

As concentrações dos elementos obtidas por meio das análises das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais (TAB. 9) foram utilizadas para o cálculo dos valores teóricos dos coeficientes de atenuação mássico (μ/ρ) determinados pelo programa WinXCOM.

Os coeficientes de atenuação mássico (μ/ρ) determinados por meio da equação da absorção exponencial que caracteriza a passagem da radiação eletromagnética através da matéria, equação 4, item 4.7(experimental B) e teórico determinado pelo programa WinXCOM do esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio são apresentados nas TAB. 13, 14 e 15 para as tensões de 50, 70 e 90 kV. A energia média foi calculada segundo a equação 2 do item 4.5.

TABELA 13

Coeficiente de atenuação mássico experimental (B) e teórico determinados pelo programa WinXCOM do esmalte, dentina e dos biomateriais dentais submetidos à energia média de 33,71 a 34,83 keV

Amostras	Energia média (keV)	μ/ρ ($\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)		Diferença (%)
		Experimental B	Teórico (WinXCOM)	
Esmalte	34,83	1,403	1,294 ¹ ; 1,289 ²	8,4 ¹ ; 8,8 ²
Dentina	33,71	1,079	0,979 ¹ ; 1,008 ²	10,2 ¹ ; 7,0 ²
Bio-Oss®	34,08	0,729 ^a	1,486	50,9
		0,880 ^b		40,8
		0,975 ^c		34,4
		1,177 ^d		20,8
Osteogen®	33,96	0,892 ^a	1,472	39,4
		1,006 ^b		31,7
		1,100 ^c		25,3
		1,153 ^d		21,7
Cerasorb® M Dental	34,19	1,195 ^c	1,487	19,6
		1,221 ^d		17,9
Straumann® Bonoceramic®	34,19	1,222 ^c	1,444	15,4
		1,304 ^d		9,7

Nota- Método de separação ¹: mecanicamente particulado; método de separação ²: por meio de pontas diamantadas.

Diferença %= diferença em porcentagem = [(experimental (μ/ρ) – teórico(μ/ρ) / (teórico(μ/ρ))] x 100

Amostras submetidas à pressão de ^a25 MPa; ^b50 MPa; ^c75 MPa; ^d100 MPa.

Os biomateriais Bio-Oss® e Osteogen® apresentaram o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental mais próximo ao valor obtido para a dentina quando submetidos a uma pressão de condensação de 75 MPa. Para alcançar o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) do esmalte, seria necessário que estes biomateriais fossem submetidos a uma maior força de condensação, acima de 100 MPa, não permitido pela matriz.

O biomaterial Straumann® Boneceramic apresentou o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental mais próximo ao valor obtido do esmalte quando submetido a uma pressão de condensação de 100 MPa, necessitando de a uma maior força de condensação para que seja alcançado o valor ideal, não permitido pela matriz. O biomaterial Cerasorb® M Dental necessitaria também, de a uma maior força de condensação, acima de 100 MPa, para que seja alcançado o valor ideal, próximo do esmalte.

TABELA 14

Coeficiente de atenuação mássico experimental (B) e teórico determinados pelo XCOM das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais submetidos à energia média de 40,67 a 42,75

Amostras	Energia média (keV)	μ/ρ ($\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)		Diferença (%)
		Experimental B	Teórico (WinXCOM)	
Esmalte	42,75	0,857	0,824 ¹ ; 0,821 ²	10,0 ¹ ; 10,3 ²
Dentina	42,00	0,732	0,650 ¹ ; 0,668 ²	18,5 ¹ ; 15,4 ²
Bio-Oss®	40,70	0,510 ^a	0,944	46,0
		0,586 ^b		37,9
		0,664 ^c		29,7
		0,710 ^d		24,8
Osteogen®	40,67	0,571 ^a	0,929	38,6
		0,660 ^b		29,0
		0,723 ^c		22,2
		0,829 ^d		10,8
Cerasorb® M Dental	40,94	0,822 ^c	0,938	12,4
		0,893 ^d		4,8
Straumann® Boneceramic	41,03	0,841 ^c	0,908	7,4
		0,954 ^d		-5,1

Nota- Método de separação ¹: mecanicamente particulado; método de separação ²: por meio de pontas diamantadas.

Diferença %= diferença em porcentagem = [(experimental (μ/ρ) – teórico (μ/ρ))/teórico(μ/ρ)]x100.

Amostras submetidas à pressão de ^a25 MPa; ^b50 MPa; ^c75 MPa; ^d100 MPa.

O biomaterial Bio-Oss® apresentou o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental mais próximo ao valor obtido da dentina quando submetido a uma pressão de condensação de 100 MPa. Para alcançar o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) do esmalte, seria necessário que este biomaterial fosse submetido a uma maior força de condensação, acima de 100 MPa, não permitido pela matriz.

O biomaterial Osteogen® apresentou o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental mais próximo ao valor obtido para a dentina quando submetido a uma pressão de condensação de 75 MPa e quando submetido a uma pressão de condensação de 100 MPa alcançou o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) do esmalte.

O biomaterial Cerasorb® M Dental e submetido a uma pressão de condensação de 75 e 100 MPa apresentou valores do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental mais próximos ao valor do esmalte.

O biomaterial Straumann® Boneceramic, apresentou valores do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental mais próximos ao valor obtido para o esmalte quando submetido a uma pressão de condensação de 75 MPa.

TABELA 15

Coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental (B) e teórico determinados pelo XCOM das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais submetidos à energia de 44,16 a 46,64.

	Energia média (keV)	μ/ρ ($\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)		Diferença (%)
		Experimental B	Teórico (WinXCOM)	
Esmalte	46,64	0,723	0,638 ¹ ; 0,636 ²	7,7 ¹ ; 8,0 ²
Dentina	46,63	0,545	0,496 ¹ - 0,599 ²	9,9 ¹ ; 8,9 ²
Bio-Oss®	46,17	0,374 ^a	0,669	46,5
		0,421 ^b		39,8
		0,457 ^c		34,6
		0,483 ^d		30,9
Osteogen®	44,16	0,427 ^a	0,763	44,0
		0,513 ^b		32,8
		0,577 ^c		24,4
		0,589 ^d		22,8
Cerasorb® M Dental	46,43	0,792 ^c	0,695	-14,0
		0,806 ^d		-16,0
Straumann® Bonoceramic	46,35	0,920 ^c	0,619	-48,7
		0,839 ^d		-35,6

Nota- Método de separação ¹: mecanicamente particulado; método de separação ²: por meio de pontas diamantadas.

Diferença %= diferença em porcentagem = [(experimental (μ/ρ) – teórico (μ/ρ))/teórico(μ/ρ)]x100.

Amostras submetidas à pressão de ^a25 MPa; ^b50 MPa; ^c75 MPa; ^d100 MPa.

O biomaterial Bio-Oss® apresentou o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental mais próximo ao valor obtido para a dentina quando submetido a uma pressão de condensação de 100 MPa. Para alcançar o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) do esmalte, seria necessário que este biomaterial fosse submetido a uma maior força de condensação, acima de 100 MPa, não permitido pela matriz.

O biomaterial Osteogen® apresentou o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental mais próximo ao valor obtido para a dentina quando submetido a uma pressão de condensação de 50 e 75 MPa. Para alcançar o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) do esmalte, seria necessário que este biomaterial fosse submetido a uma maior força de condensação, acima de 100 MPa, não permitido pela matriz.

O biomaterial Cerasorb® M Dental, à tensão de 90 kV, e submetido a uma pressão de condensação de 75 e 100 MPa apresentou o valor do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental mais próximo ao valor obtido para o esmalte.

Os resultados das TAB. 13, 14 e 15 demonstram a dependência do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) com a energia do fóton nos espécimes avaliados. O coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) das amostras de esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio, experimental e teórico, nas faixas de energia de 33,71 a 46,64 keV (tensão 50 a 90 kV) diminuíram com o aumento da energia. A relação entre o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) com a energia do fóton foi também observada no estudo experimental A (TAB. 8) em concordância com KAGINELLI *et al.* (2009), MORABAD & KERUR (2010), KOÇ & OZYOL (2000) e HAN & DEMIR (2009).

Esta metodologia aplicada para o cálculo do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) das amostras de esmalte e dentina (experimental B) apresentou uma maior variação entre o valor experimental e teórico em relação à primeira metodologia aplicada (experimental A).

De um modo geral, os biomateriais avaliados por esta metodologia apresentaram um valor mais próximo ao valor teórico quando foram submetidos a uma maior força de condensação. Observou-se que a diferença entre o valor experimental e teórico apresenta um comportamento decrescente em relação à pressão empregada. O coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental determinado por esta metodologia revelou que os biomateriais Bio-Oss® e Osteogen® submetidos à pressão de condensação de 100 MPa apresentaram menor variação em relação ao coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) teórico determinado pelo programa WinXCOM. Este mesmo comportamento ocorreu nos biomateriais Straumann® Boneceramic e Cerasorb® M Dental, cuja variação do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental em relação ao coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) teórico determinado pelo programa WinXCOM foi menor que os valores apresentados pelo Bio-Oss® e Osteogen®, exceto para a energia de 90kV para o biomaterial Straumann® Boneceramic.

5.5 Número atômico efetivo (Z_{eff}) parcial e total para os espécimes de esmalte, dentina e biomateriais de fosfato de cálcio

As TAB. 16, 17 e 18 apresentam os valores do expoente m na faixa de energia de 10 a 200 keV, nos processos de interação parciais calculados pelo método dos mínimos quadrados e utilizando a seção de choque de cada elemento fornecida pelo programa WinXCOM.

TABELA 16

Valores calculados do expoente m para os processos de interação Incoerente na faixa de energia de 10 a 200 keV em esmalte, dentina e nos biomateriais dentais

Processo de Interação Incoerente					
<i>Energia</i> (keV)	Esmalte Dentina	Bio-Oss®	Osteogen®	Cerasorb® M Dental	Straumann® Boneceramic
10	0,80	0,80	0,80	0,75	0,80
20	0,89	0,89	0,89	0,83	0,87
30	0,93	0,93	0,93	0,86	0,93
40	0,95	0,95	0,95	0,89	0,95
50	0,96	0,96	0,96	0,92	0,96
60	0,97	0,97	0,97	0,93	0,97
70	0,97	0,97	0,97	0,94	0,97
80	0,98	0,98	0,98	0,95	0,98
90	0,98	0,98	0,98	0,96	0,98
100	0,98	0,99	0,98	0,96	0,98
150	0,99	0,99	0,99	0,98	0,99
200	0,99	0,99	0,99	0,98	0,99

TABELA 17

Valores calculados do expoente m para os processos de interação Coerente na faixa de energia de 10 a 200 keV no esmalte, dentina e nos biomateriais dentais

Processo de Interação Coerente					
<i>Energia</i> (keV)	Esmalte Dentina	Bio-Oss®	Osteogen®	Cerasorb® M Dental	Straumann® Boneceramic
10	2,47	2,47	2,47	2,32	2,46
20	2,59	2,59	2,59	2,45	2,58
30	2,65	2,65	2,65	2,47	2,64
40	2,69	2,69	2,68	2,51	2,68
50	2,71	2,71	2,71	2,54	2,71
60	2,72	2,72	2,72	2,57	2,72
70	2,74	2,74	2,74	2,58	2,74
80	2,75	2,75	2,50	2,60	2,74
90	2,76	2,76	2,76	2,61	2,75
100	2,76	2,76	2,76	2,62	2,76
150	2,78	2,78	2,78	2,65	2,78
200	2,78	2,81	2,81	2,67	2,80

TABELA 18

Valores calculados do expoente m para os processos de interação fotoelétrica na faixa de energia de 10 a 200 keV no esmalte, dentina e nos biomateriais dentais

Processo de Interação fotoelétrica					
Energia (keV)	Esmalte Dentina	Bio-Oss®	Osteogen®	Cerasorb® M Dental	Straumann® Boneceramic
10	4,73	4,73	4,73	4,06	4,71
20	4,85	4,86	4,85	4,29	4,84
30	4,92	4,92	4,91	4,40	4,90
40	4,95	4,95	4,95	4,48	4,94
50	4,98	4,98	4,98	4,53	4,97
60	5,00	5,00	5,00	4,57	4,99
70	5,01	5,02	5,01	4,60	5,00
80	5,03	5,03	5,03	4,62	5,02
90	5,04	5,04	5,04	4,64	5,03
100	5,05	5,05	5,05	4,66	5,04
150	5,08	5,12	5,11	4,78	5,12
200	5,09	5,13	5,13	4,76	5,11

As TAB. 16, 17 e 18 mostram que os valores dos expoentes m aumentaram com os níveis de energia nos processos de interação de fótons parciais e variaram para uma mesma energia quando a composição elementar da amostra variou, em concordância com os estudos de KOÇ e OZYOL (2000), YANG et al. (1987) e WHITE (1977) que avaliaram amostras biológicas, como gordura, músculo, osso e água.

Neste estudo, o parâmetro m para espalhamento incoerente variou de 0,75 a 0,99; o parâmetro de espalhamento coerente variou de 2,32 a 2,81, o parâmetro de interação fotoelétrica variou de 4,06 a 5,13, no esmalte, dentina e biomateriais a base de fosfato de cálcio.

KOÇ & OZYOL (2000) avaliaram os expoentes m em amostras biológicas. O parâmetro m para espalhamento incoerente variou de 0,76 a 0,99; o parâmetro de espalhamento coerente variou de 2,47 a 2,67, o parâmetro de interação fotoelétrica variou de 4,33 a 4,83. Os resultados indicaram que o expoente m depende da energia do fóton, do grupamento de elementos do material analisado e do tipo de processo de interação considerado em concordância com os estudos de WHITE (1977), RAO et al. (1985) e KOÇ & OZYOL (2000).

Os valores do número atômico efetivo parcial foram calculados para as amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio por meio da equação 5, item 4.8; os fatores de peso dos elementos utilizados foram apresentados na TAB. 10 e 11.

A TAB. 19 e 20 apresentam o valor do número atômico efetivo parcial do esmalte, dentina na faixa de energia de 10 a 200 keV.

TABELA 19
Número atômico efetivo (Z_{eff}) para processos de interação parcial do esmalte e dentina

Energia (keV)	Processos					
	Incoerente		Coerente		Fotoelétrico	
	Esmalte 1	Dentina 1	Esmalte 1	Dentina 1	Esmalte 1	Dentina 1
10	11,51	9,04	13,76	12,25	15,91	14,30
20	11,68	9,22	13,90	12,44	15,99	14,41
30	11,73	9,11	13,97	12,52	16,03	14,46
40	11,78	9,33	14,01	12,56	16,05	14,50
50	11,80	9,35	14,04	12,60	16,07	14,52
60	11,82	9,37	14,05	12,62	16,08	14,54
70	11,83	9,38	14,07	12,63	16,09	14,55
80	11,83	9,39	14,08	12,65	16,10	14,56
90	11,84	9,40	14,09	12,66	16,10	14,57
100	11,84	9,40	14,09	12,66	16,11	14,58
150	11,85	9,41	14,11	12,69	16,13	14,60
200	11,86	9,42	14,10	12,67	16,14	14,62

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas

TABELA 20
Número atômico efetivo (Z_{eff}) para processos de interação parcial do esmalte e dentina

Energia (keV)	Processos					
	Incoerente		Coerente		Fotoelétrico	
	Esmalte 2	Dentina 2	Esmalte 2	Dentina 2	Esmalte 2	Dentina 2
10	11,39	8,90	13,84	11,77	15,89	14,44
20	11,57	9,10	13,98	11,95	15,97	14,55
30	11,61	8,98	14,04	12,04	16,01	14,61
40	11,67	9,21	14,09	12,08	16,03	14,64
50	11,69	9,24	14,11	12,12	16,05	14,66
60	11,71	9,26	14,13	12,14	16,06	14,68
70	11,72	9,27	14,15	12,16	16,07	14,69
80	11,73	9,28	14,16	12,17	16,08	14,70
90	11,73	9,29	14,16	12,18	16,09	14,71
100	11,74	9,29	14,17	12,19	16,09	14,72
150	11,75	9,31	14,19	12,21	16,11	14,74
200	11,75	9,31	14,18	12,20	16,12	14,76

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas.

A TAB. 21 apresenta o valor do número atômico efetivo parcial dos biomateriais Bio-Oss® e Osteogen® na faixa de energia de 10 a 200 keV.

TABELA 21
Número atômico efetivo (Z_{eff}) para processos de interação parcial do biomaterial Bio-Oss® e Osteogen®

Energia (keV)	Processos					
	Bio-Oss®			Osteogen®		
	Incoerente	Coerente	Fotoelétrico	Incoerente	Coerente	Fotoelétrico
10	12,43	14,53	16,38	12,35	14,42	16,28
20	12,56	14,66	16,46	12,48	14,56	16,35
30	10,04	14,76	16,50	12,53	14,72	16,40
40	12,64	14,79	16,54	12,56	14,65	16,41
50	12,66	14,80	16,53	12,58	14,67	16,42
60	12,68	14,82	16,54	12,59	14,69	16,43
70	12,68	14,82	16,55	12,60	14,70	16,44
80	12,69	14,82	16,56	12,61	14,45	16,45
90	12,70	14,83	16,56	12,61	14,72	16,46
100	12,70	14,83	16,57	12,62	14,72	16,46
150	12,71	14,84	16,61	12,62	14,74	16,50
200	12,71	14,86	16,61	12,63	14,77	16,51

A TAB. 22 apresenta o valor do número atômico efetivo parcial dos biomateriais Bio-Oss® e Osteogen® na faixa de energia de 10 a 200 keV.

TABELA 22

Número atômico efetivo (Z_{eff}) para processos de interação parcial do Biomaterial Cerasorb® M Dental e Straumann® Boneceramic

Energia (keV)	Processos					
	Cerasorb® M Dental			Straumann® Boneceramic		
	Incoerente	Coerente	Fotoelétrico	Incoerente	Coerente	Fotoelétrico
10	12,76	14,49	16,42	12,57	14,43	16,27
20	12,85	14,62	16,49	12,66	14,56	16,35
30	12,69	14,64	16,52	12,72	14,73	16,40
40	12,92	14,67	16,54	12,74	14,65	16,40
50	12,94	14,71	16,56	12,75	14,68	16,42
60	12,96	14,73	16,57	12,76	14,69	16,43
70	12,97	14,75	16,58	12,77	14,71	16,44
80	12,98	14,77	16,58	12,78	14,72	16,45
90	12,99	14,78	16,59	12,78	14,72	16,45
100	13,00	14,97	16,59	12,78	14,73	16,46
150	13,01	15,52	16,63	12,79	14,75	16,51
200	13,02	15,28	16,64	12,80	14,77	16,50

As TAB. 19, 20, 21 e 22 mostram que o número atômico efetivo, neste estudo, em todos os processos de interação parcial, nas amostras de esmalte, dentina e nos biomateriais dentais aumentou com a energia.

No estudo de RAO *et al.* (1985) observou-se, também, a tendência do número atômico efetivo para processos de interação parcial aumentar em relação à energia do fóton. O número atômico efetivo para o processo de interação fotoelétrica é maior, enquanto que o número atômico efetivo para o processo de interação incoerente é menor.

KOÇ & OZYOL (2000) ao avaliar o número atômico efetivo para processos de interação parcial na faixa de energia de 10 a 150 keV em amostras biológicas observou que o número atômico efetivo para processos de interação fotoelétrica permaneceu constante na faixa de energia de 10 a 150 keV. Para espalhamento coerente o número atômico efetivo variou a 15 keV e de 30 a 150 keV permaneceu constante. Para processos de espalhamento incoerente o número atômico efetivo aumentou com a energia e de 30 a 150 keV permaneceu constante.

Segundo YANG *et al.* (1987) na faixa de energia considerada neste estudo (10 a 200 keV) os três processos de interação de fótons parciais (Incoerente, coerente e fotoelétrico) contribuem simultaneamente e significativamente para a definição do número atômico efetivo. Assim, considerou-se em definir o número atômico efetivo para os processos de interação total.

Para o cálculo do número atômico efetivo total de tecidos biológicos e materiais equivalentes observou-se que é necessário conhecer as relações entre as seções de choque e os números atômicos (Z) dos elementos constituintes do material (WHITE, 1978). Os dados das seções de choque de elementos individuais e de um limitado número de compostos e misturas estão disponíveis em tabelas, cujos dados são apresentados na literatura. Estas investigações foram realizadas por PARTHASARADHI *et al.* (1992), RAO *et al.* (1985) e YANG *et al.*, 1987, nas faixas de baixa energia e PARTHASARADHI *et al.* (1989) em faixas de alta energia (KUMAR e REDDY, 1997).

O número atômico efetivo total foi determinado a partir do número atômico equivalente correspondente à seção de choque do material composto

Os coeficientes de atenuação mássico (μ/ρ) teórico determinado pelo programa WinXCOM do esmalte, dentina e dos biomateriais a base de fosfato de cálcio na faixa de energia de 10 a 200 keV, determinados a partir da composição das amostras de esmalte, dentina e de biomateriais a base de fosfato de cálcio, são apresentados na TAB. 23 e 24 .

TABELA 23

Coeficientes de atenuação mássico (μ/ρ) das amostras de esmalte, dentina calculados utilizando o programa WinXCOM (cm^2/g)

Coeficiente de atenuação de massa (μ/ρ)				
Energia (keV)	Dentina 1	Esmalte 1	Dentina 2	Esmalte 2
10	29,390	43,010	30,950	42,790
20	4,192	5,978	4,332	5,949
30	1,386	1,923	1,429	1,915
40	0,687	0,914	0,706	0,910
50	0,434	0,549	0,444	0,548
60	0,320	0,385	0,326	0,385
70	0,259	0,300	0,264	0,300
80	0,224	0,251	0,227	0,250
90	0,201	0,219	0,203	0,219
100	0,185	0,198	0,187	0,198
150	0,147	0,150	0,148	0,150
200	0,129	0,130	0,130	0,130

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas

TABELA 24

Coeficientes de atenuação mássico (μ/ρ) das amostras dos biomateriais a base de fosfato de cálcio calculados utilizando o programa WinXCOM (cm^2/g)

Coeficiente de atenuação de massa (μ/ρ)				
Energia (keV)	BioOss®	Osteogen®	Cerasorb® M Dental	Straumann® Bonoceramic
10	47,080	46,160	47,600	46,060
20	6,541	6,409	6,610	6,400
30	2,093	2,053	2,113	2,050
40	0,985	0,968	0,993	0,967
50	0,586	0,577	0,589	0,576
60	0,406	0,401	0,408	0,400
70	0,313	0,310	0,314	0,309
80	0,259	0,257	0,259	0,256
90	0,225	0,223	0,225	0,223
100	0,202	0,201	0,202	0,200
150	0,150	0,150	0,150	0,150
200	0,130	0,130	0,129	0,129

Observou-se nas TAB. 23 e 24 que o coeficiente de atenuação de massa (μ/ρ) teórico na faixa de energia de 10 a 200 keV mostrou a sua dependência com a energia do fóton. O coeficiente de atenuação de massa (μ/ρ) diminuiu com o aumento da energia. A relação entre o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) com a energia do fóton foi também observada no estudo experimental A (TAB. 10) e no estudo experimental B (TAB. 11, 12 e 13) em concordância com os estudos de KAGINELLI *et al.* (2009), MORABAD & KERUR (2010), KOÇ & OZYOL (2000) e de HAN & DEMIR (2009).

As TAB. 25 e 26 apresentam a contribuição da seção de choque total na faixa de energia de 10 a 200 keV em esmalte, dentina e nos biomateriais dentais determinada utilizando a equação 8 e mostra sua relação com a energia, onde observou-se que, com aumento da energia o valor da seção de choque diminuiu, em concordância com o estudo de RAO *et al.* (1989) ao avaliar a interação de fótons de baixa energia em amostras biológicas.

TABELA 25

Contribuição da seção de choque total em esmalte, dentina (barns/átomo)

Energia	Seção de choque total (barns/átomo)			
	keV	Dentina 1	Esmalte 1	Dentina 2
10	679	1370	682	1330
20	96,8	190	95,4	185
30	32,0	61,1	31,5	59,6
40	15,9	29,0	15,6	28,3
50	10,0	17,4	9,8	17,0
60	7,4	12,2	7,2	12,0
70	6,0	9,5	5,8	9,3
80	5,2	8,0	5,0	7,8
90	4,6	7,0	4,5	6,8
100	4,3	6,3	4,1	6,2
150	3,4	4,8	3,3	4,7
200	3,0	4,1	2,9	4,0

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantada

TABELA 26

Contribuição da seção de choque total nos biomateriais a base de fosfato de cálcio (barns/átomo)

Energia	Seção de choque total (barns/átomo)			
	keV	Bio-Oss®	Osteogen®	Cerasorb® M Dental
10	2220	1700	1920	1830
20	309	235	267	255
30	98,8	75,4	85,3	81,6
40	46,5	35,6	40,1	38,5
50	27,7	21,2	23,8	22,9
60	19,2	14,7	16,5	15,9
70	14,8	11,4	12,7	12,3
80	12,2	9,4	10,5	10,2
90	10,6	8,2	9,1	8,9
100	9,5	7,4	8,2	8,0
150	7,1	5,5	6,1	6,0
200	6,1	4,8	5,2	5,2

O número atômico efetivo Total (Z_{eff}) das amostras de esmalte, dentina na faixa de energia de 10 a 200 keV, são apresentados na TAB.27.

TABELA 27

Número atômico efetivo total (Z_{eff}) do esmalte e dentina

Energia (keV)	Número atômico efetivo total (Z_{eff})			
	Esmalte 1	Dentina 1	Esmalte 2	Dentina 2
10	13,68	11,52	13,58	11,53
20	13,45	11,62	13,37	11,58
30	13,61	11,61	13,53	11,57
40	13,47	11,24	13,37	11,17
50	13,27	10,57	13,16	10,47
60	12,87	9,94	12,78	9,78
70	12,44	9,37	12,28	9,17
80	11,99	8,90	11,82	8,68
90	11,61	8,53	11,43	8,29
100	11,28	8,25	11,09	7,98
150	10,33	7,52	10,13	7,22
200	9,97	7,31	9,79	7,02

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas

O número atômico efetivo total apresentou comportamento similar no esmalte e na dentina nas duas técnicas de separação. Os valores do número atômico efetivo total variaram em relação ao aumento dos níveis de energia em 27,1 % e 27,9 % no esmalte nas técnicas 1 e 2 de separação, respectivamente; os valores, em dentina, variaram em 37,1 % e 39,4 % nas técnicas 1 e 2 de separação, respectivamente, em relação ao aumento dos níveis de energia.

Nas amostras de dentina obtidas pelas técnicas de separação 1 e 2, o número atômico efetivo total aumentou na faixa de energia de 10 a 200 keV em 0,9 % e 0,4% respectivamente.

O número atômico efetivo total (Z_{eff}) dos biomateriais a base de fosfato de cálcio na faixa de energia de 10 a 200 keV, são apresentados na TAB.28.

TABELA 28

Número atômico efetivo total (Z_{eff}) dos biomateriais a base de fosfato de cálcio

Número atômico efetivo total (Z_{eff})				
Energia (keV)	Bio-Oss®	Osteogen®	Cerasorb® M Dental	Straumann Bonoceramic®
10	15,63	14,98	14,91	14,86
20	15,40	14,40	14,90	14,53
30	15,39	14,36	14,91	14,58
40	15,29	14,28	14,81	14,62
50	15,54	14,22	14,72	14,58
60	15,48	13,91	14,56	14,38
70	15,40	13,59	14,31	14,15
80	15,23	13,24	14,11	13,86
90	15,11	12,93	13,80	13,61
100	14,98	12,66	13,56	13,35
150	14,56	11,79	12,78	12,60
200	14,38	11,45	12,44	12,29

Os valores do número atômico efetivo total variaram 16,6 % no Cerasorb®, 8 % no Bio-Oss®; 17,3 % no Straumann® Bonoceramic e 23,6 % no Osteogen®, em relação ao aumento dos níveis de energia.

A variação do número atômico efetivo total em relação à energia nas amostras de esmalte, dentina, biomateriais a base de fosfato de cálcio determinados neste estudo é também apresentada graficamente, para comparação, na FIG. 29.

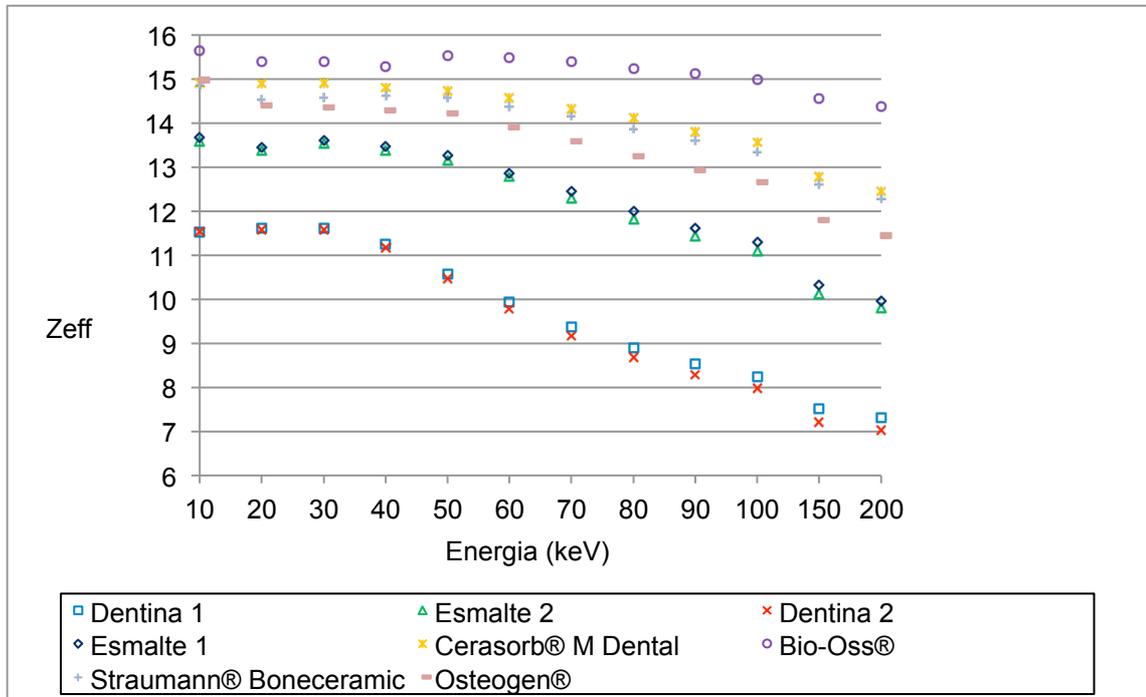


FIGURA 29- Número atômico efetivo total em relação à energia nas amostras de esmalte, dentina, biomateriais a base de fosfato de cálcio obtidos neste estudo

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas

Os biomateriais a base de fosfato de cálcio apresentaram o número atômico efetivo (Z_{eff}) efetivo superior aos valores do esmalte e dentina. Estes biomateriais apresentaram em sua composição maior concentração de Ca ($Z=20$) do que o esmalte e a dentina. Observou-se que, para baixas energias o número atômico efetivo é dependente do número atômico dos elementos constituintes do material analisado como também observado por HAN e DEMIR (2009) ao avaliar ligas de Ti e Ni. No esmalte, dentina e biomateriais na faixa de energia de 10 a 200 kV, observou-se que a variação do número atômico efetivo é similar e dependente do número atômico dos elementos constituintes. Assim, o conhecimento da composição do material é de primordial importância quando se é utilizado a “regra da mistura”.

No estudo de RAO et al. (1985), que utilizaram a seção de choque por átomo para determinar e comparar o número atômico efetivo (Z_{eff}) diretamente da interação total e por meio de processos parciais em materiais biológicos como osso, músculo, água, gordura, fígado e baço observou-se que número atômico efetivo do osso para interações de fótons total diminuiu com o aumento da energia em 50 %. Nos processos de interação fotoelétrica, espalhamento coerente e espalhamento incoerente os valores do número atômico efetivo no osso aumentaram em 8 %, 2,8 % e 6,8 %, respectivamente. Observou-se que, o número atômico efetivo determinado nas amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais apresentaram também variações em relação à energia, como citado nos resultados acima.

YANG *et al.* (1987), utilizaram a seção de choque por elétron para determinar o número atômico efetivo de tecidos humanos por meio de processo de interação total. Estes autores relataram que o número atômico efetivo em tecidos moles apresentou variações em torno de 4 %, enquanto que no tecido ósseo ocorreram variações de 2,89 % a 5,03 % na faixa de energia de 10 a 200 keV, pois foram avaliados neste tecido a composição química do tecido ósseo apresentada em quatro diferentes referências da literatura.

KOÇ & OZYOL (2000) determinaram o número atômico efetivo para processos de interação parcial e total utilizando o coeficiente de atenuação mássico de 11 amostras biológicas na faixa de energia de 10 a 150 keV. Os autores observaram que o número atômico efetivo não se apresentou dependente da energia do fóton nas amostras de tecidos avaliadas, mas é dependente do tipo de interação e da seção de choque escolhida para a sua determinação ou seja, por átomo, por elétron ou a escolha do coeficiente de atenuação de massa. De acordo os autores, as diferenças encontradas no número atômico efetivo de amostras biológicas depende dos elementos constituintes, variando de H($Z=1$) a Ca($Z=20$). Em amostras de tecido ósseo o comportamento foi diferente de outras amostras biológicas pelo fato de seu conteúdo de Ca e P serem alto, como no esmalte, dentina e biomateriais dentais, no presente estudo. A variação do número atômico efetivo em relação aos níveis de energia aplicados apresenta um comportamento similar ao relatado por RAO et al. (1985).

Os biomateriais dentais apresentaram o número atômico efetivo (Z_{eff}) mais próximo ao esmalte. A variação do número atômico efetivo (Z_{eff}) do esmalte em relação aos biomateriais dentais- Bio-Oss®, Osteogen®, Straumann® Boneceramic e Cerasorb® M Dental são apresentados na TAB. 29.

TABELA 29

Diferença (%) entre o número atômico efetivo (Z_{eff}) do esmalte em relação ao o número atômico efetivo (Z_{eff}) dos biomateriais dentais- Bio-Oss®, Osteogen®, Straumann® Boneceramic e Cerasorb® M Denta determinados pelo programa WinXCOM

Energia (keV)	Bio-Oss®		Osteogen®		Straumann® Boneceramic		Cerasorb® M Dental	
	1	2	1	2	1	2	1	2
Método de separação								
10	-14,2	-15,1	-9,5	-10,3	-9,0	-9,8	-8,6	-9,4
20	-14,5	-15,2	-7,1	-7,7	-10,8	-11,4	-8,0	-8,7
30	-13,1	-13,7	-5,5	-6,1	-9,5	-10,2	-7,1	-7,8
40	-13,5	-14,4	-6,0	-6,8	-9,9	-10,8	-8,5	-9,3
50	-17,1	-18,1	-7,2	-8,0	-10,9	-11,8	-9,9	-10,8
60	-20,3	-21,1	-8,1	-8,8	-13,1	-13,9	-11,7	-12,5
70	-23,8	-25,4	-9,2	-10,7	-15,0	-16,5	-13,7	-15,2
80	-27,0	-28,8	-10,4	-12,0	-17,7	-19,4	-15,6	-17,3
90	-30,1	-32,2	-11,4	-13,1	-18,9	-20,7	-17,2	-19,1
100	-32,8	-35,1	-12,2	-14,2	-20,2	-22,3	-18,3	-20,4
150	-40,9	-43,7	-14,1	-16,4	-23,7	-26,2	-22,0	-24,4
200	-44,2	-46,9	-14,8	-17,0	-24,8	-27,1	-23,2	-25,5

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas

Dentre os biomateriais avaliados o número atômico efetivo (Z_{eff}) do Osteogen® foi o que apresentou menor variação em relação ao número atômico efetivo (Z_{eff}) do esmalte e da dentina nas técnicas de separação 1 e 2. A variação do número atômico efetivo (Z_{eff}) do esmalte em relação ao Osteogen apresentou-se inferior a 17 %.

O número atômico efetivo (Z_{eff}) das amostras de esmalte e dentina determinado utilizando o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental A são apresentados na TAB. 30 e comparados com número atômico efetivo (Z_{eff}) calculado utilizando o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) calculado pelo WinXCOM.

TABELA 30

Número atômico efetivo (Z_{eff}) das amostras de esmalte e dentina determinado utilizando o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) experimental

Energia (keV)	Esmalte		
	Teórico	Experimental	Diferença*
26,5	13,58 ¹ - 13,57 ²	12,91	4,9 ¹ ; 4,9 ²
30,5	13,53 ¹ - 13,51 ²	13,05	3,5 ¹ ; 3,4 ²
34,8	13,55 ¹ - 13,53	13,50	0,4 ¹ ; 0,2 ²
38,4	13,43 ¹ - 13,43	13,77	-2,5 ¹ ; -2,5 ²
46,2	13,31 ¹ - 13,28 ²	13,28	0,2 ¹ ; 0 ²
	Dentina		
	Teórico	Experimental	Diferença*
25,8	11,55 ¹ - 12,28 ²	11,69	-1,2 ¹ ; 4,8 ²
30,2	11,45 ¹ - 12,36 ²	11,91	-4,0 ¹ ; 0,6 ²
32,6	11,30 ¹ - 11,77 ²	11,7	-3,5 ¹ ; 0,6 ²
34,4	11,29 ¹ - 11,35 ²	11,65	-3,2 ¹ ; -2,6 ²
46,1	11,76 ¹ - 11,73 ²	12,09	-2,8 ¹ ; -3,1 ²

Nota- Método de separação 1: mecanicamente particulado; método de separação 2: por meio de pontas diamantadas.

*a diferença entre o valor teórico e o valor experimental em %.

Na faixa de energia considerada o número atômico efetivo (Z_{eff}) experimental apresentou um comportamento variável em relação com a energia do fóton. As medidas foram realizadas nas energias de 25,8 a 46,2 keV.

HAN & DEMIR (2009), ao avaliarem o número atômico efetivo em ligas de Ti e Ni na faixa de energia de 22,1 a 88,0 keV demonstraram, também, este comportamento variável, o que denota segundo os autores, que estes compostos apresentam elementos de alto número atômico. Para baixas energias a dependência do número atômico para a interação de fótons com a matéria é dominante. Assim, é necessário o conhecimento da composição dos materiais. A energia dos fótons e a densidade são importantes parâmetros que afetam os resultados das medidas.

5.6 Resultados da avaliação das amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais- Bio-Oss®, Osteogen®, Straumann® Boneceramic e Cerasorb® M Dental- por meio dos Números TC

As FIG. 30 a 35 representam as imagens obtidas pelo exame de Tomografia Computadorizada realizado com as amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais - Bio-Oss®, Osteogen®, Straumann® Boneceramic e Cerasorb® M Dental.

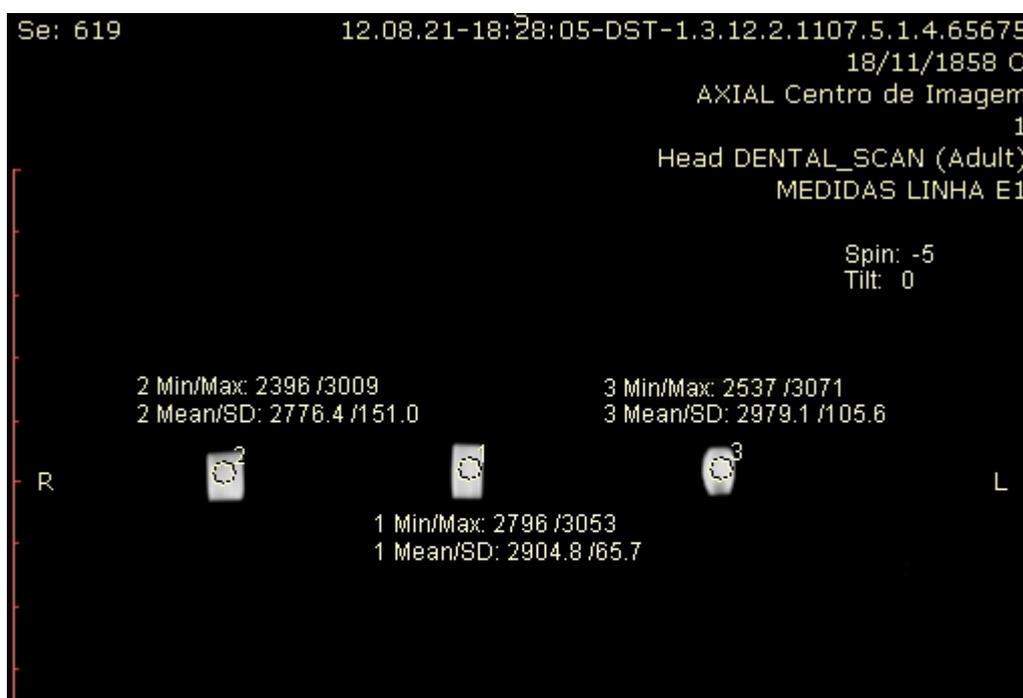


FIG.30- Medidas do número TC em dentina

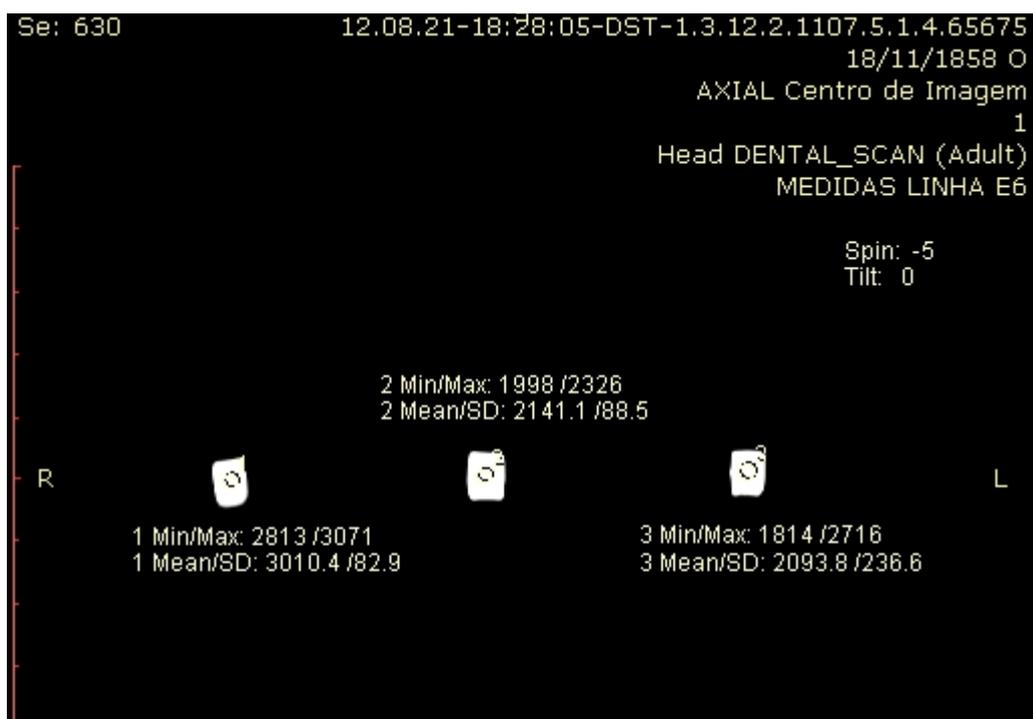


FIG.31- Medidas do número TC em esmalte

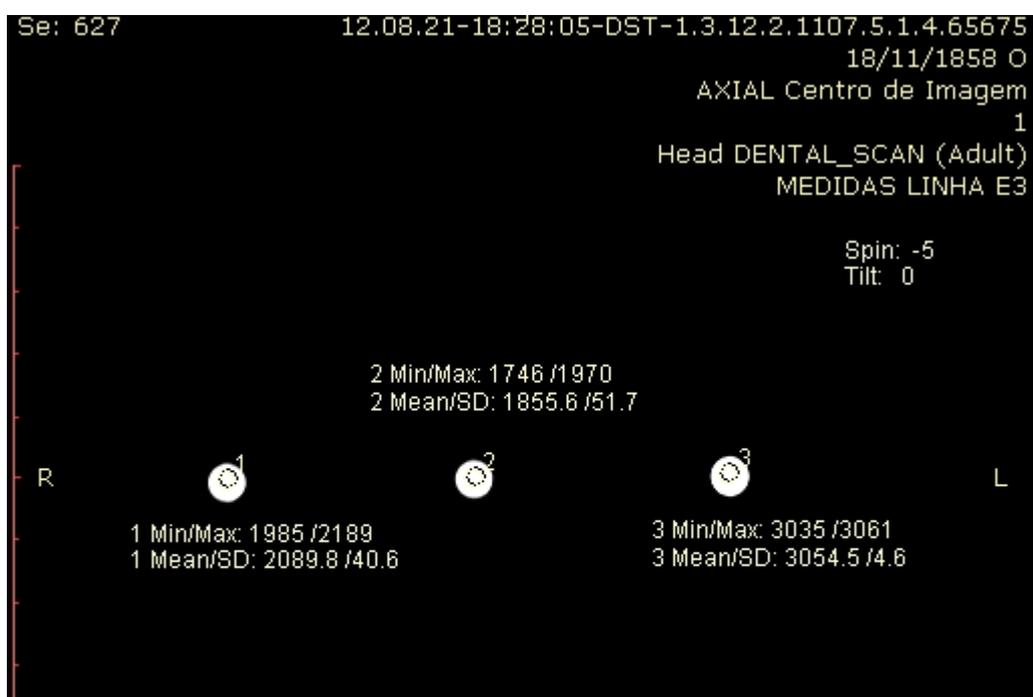


FIG.32- Medidas do número TC nos biomateriais Osteogen® (50 MPa), Bio-Oss® (50 MPa) e Straumann® Boneceramic (100 MPa)

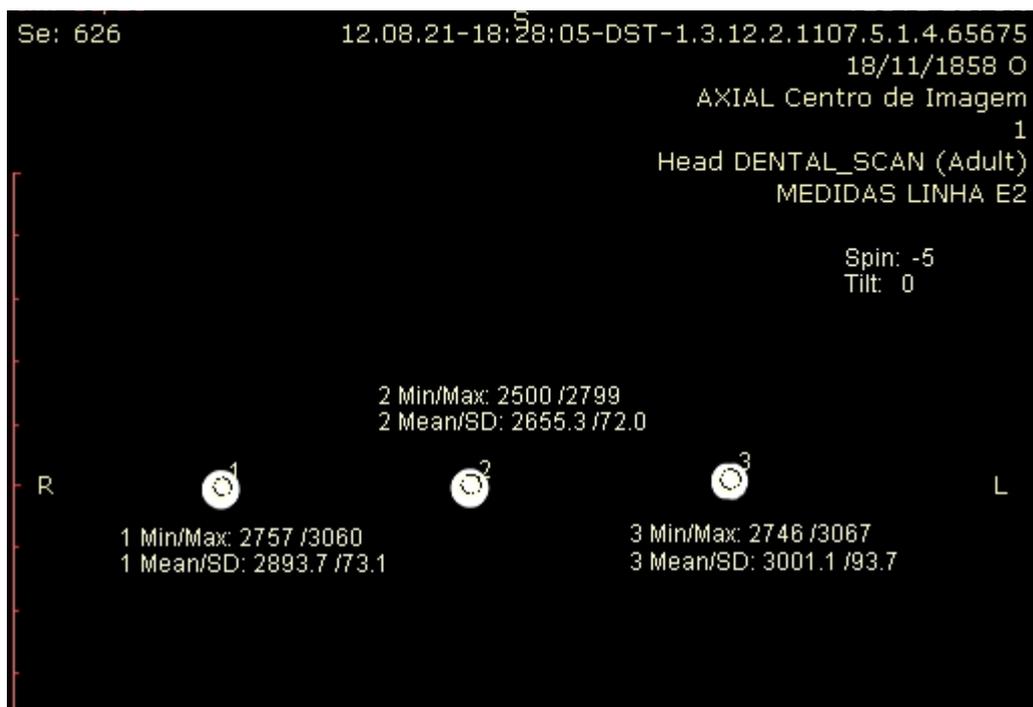


FIG.33 - Medidas do número TC nos biomateriais Osteogen® (100 MPa), Bio-Oss® (100 MPa) e Straumann® Boneceramic (75 MPa)

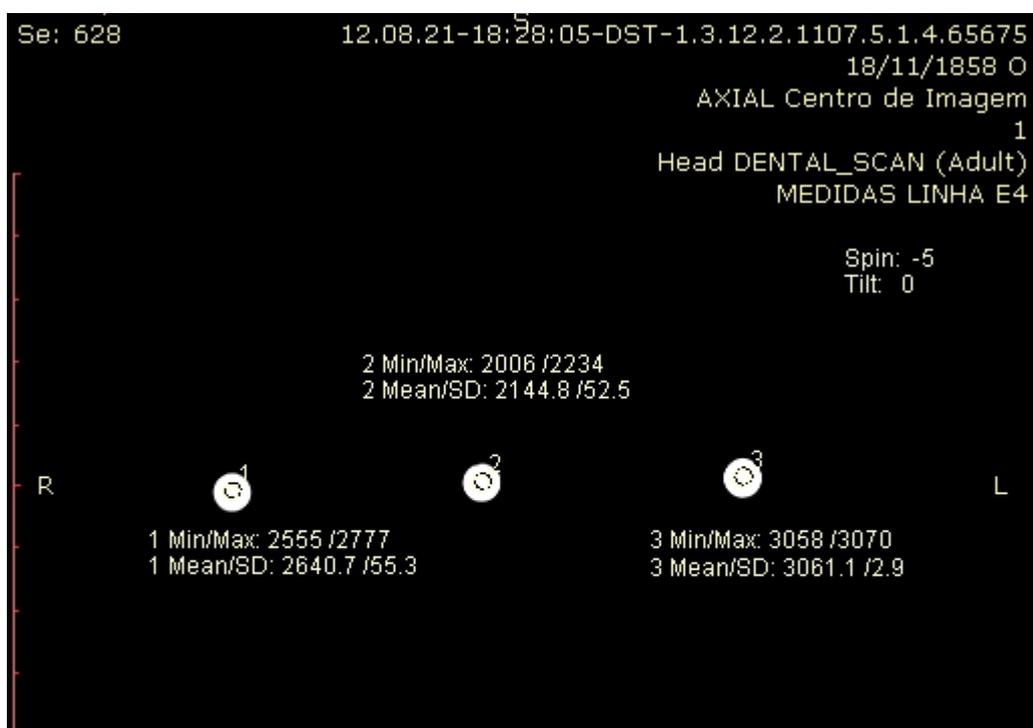


FIG.34- Medidas do número TC nos biomateriais Osteogen® (75 MPa), Bio-Oss (75 MPa) e Cerasorb® M Dental (100 MPa)

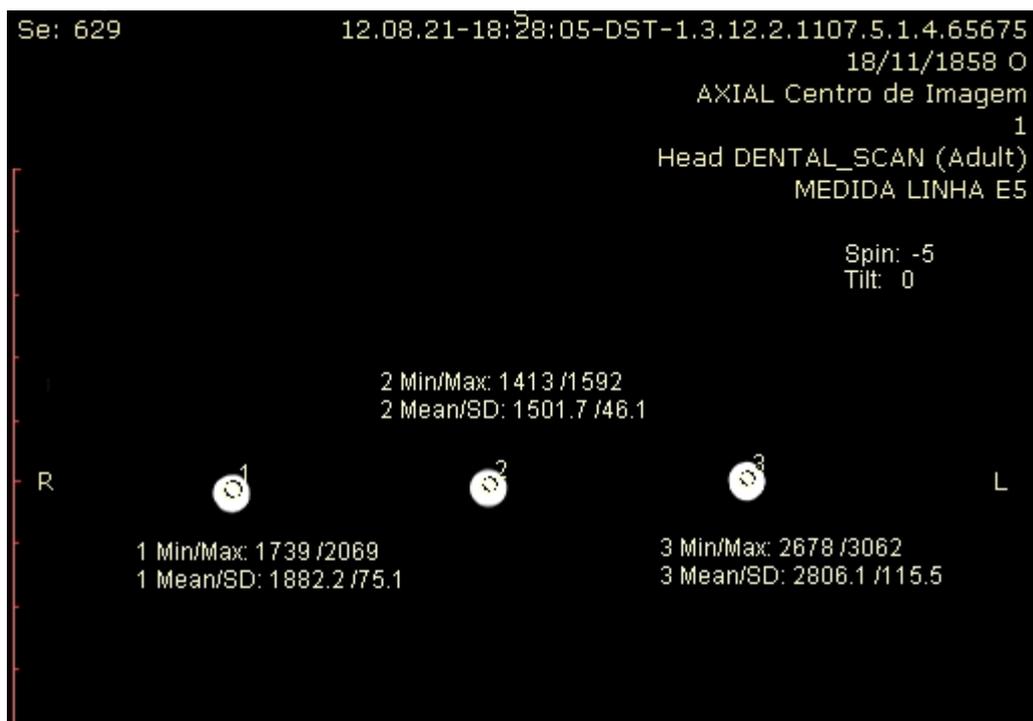


FIG.35- Medidas do número TC nos biomateriais Osteogen® (25 MPa), Bio-Oss (25 MPa) e Cerasorb® M Dental (75 MPa)

A TAB. 31 apresenta os valores dos números TC em amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais- Bio-Oss®, Osteogen®, Straumann® Boneceramic e Cerasorb® M Dental obtidas por meio do exame de tomografia computadorizada.

TABELA 31

Números TC nas amostras de esmalte, dentina e dos biomateriais dentais- Bio-Oss®, Osteogen®, Straumann® Boneceramic e Cerasorb® M Dental obtidas por meio do exame de Tomografia Computadorizada

Medidas das Unidades de Hounsfield (HU)					
Bio-Oss®	Osteogen®	Cerasorb® M Dental	Straumann® Boneceramic	Esmalte	Dentina
1501,7 ^a	1882,2 ^a				
1855,6 ^b	2089,8 ^b				
2144,8 ^c	2640,7 ^c	2806,1 ^c	3001,1 ^c	3010	2886
2655,3 ^d	2893,7 ^d	3061,1 ^d	3054,5 ^d		

Nota- ^a25 MPa; ^b 50 MPa ; ^c 75 MPa; ^d 100 MPa.

O esmalte e a dentina apresentaram os valores dos números TC superiores aos valores definidos para osso compacto segundo OLIVEIRA *et al.*, 2007.

Observou-se que as medidas dos números TC dos biomateriais dentais aumentaram em relação à pressão de condensação a que foram submetidos. Seus valores foram mais próximos ao esmalte e à dentina quando submetidos a uma maior pressão de condensação.

O Biomaterial Cerasorb® M Dental apresentou valor dos números TC próximo ao esmalte quando submetidos à pressão de 100 MPa, apresentando uma diferença de +1,7 %. Em relação à dentina, o biomaterial Cerasorb® M Dental apresentou a diferença de -2,77 % submetido a uma pressão de condensação de 75 MPa.

O biomaterial Straumann® Boneceramic apresentou a diferença em relação ao esmalte de -0,3 % a uma pressão de 75 MPa e em relação à dentina no valor de - +3,83 %.

O biomaterial Osteogen® quando submetido à pressão entre 100 MPa apresentou valores dos números TC mais próximos à dentina, cuja diferença foi de +0,3 %. Em relação ao esmalte a diferença foi de -4,0 %. Observou-se que, o biomaterial Bio-Oss® necessita de maior pressão de condensação, acima de 100 MPa para que apresente valores mais próximos à dentina, cuja diferença em relação ao valor da dentina foi de -8,7 % e em relação ao esmalte a diferença foi de -13,4 %.

A FIG. 36 representa a imagem obtida pelo exame de Tomografia Computadorizada, corte coronal, realizado nas amostras de esmalte, dentina e nos biomateriais dentais - Bio-Oss®, Osteogen®, Straumann® Boneceramic e Cerasorb® M Dental.

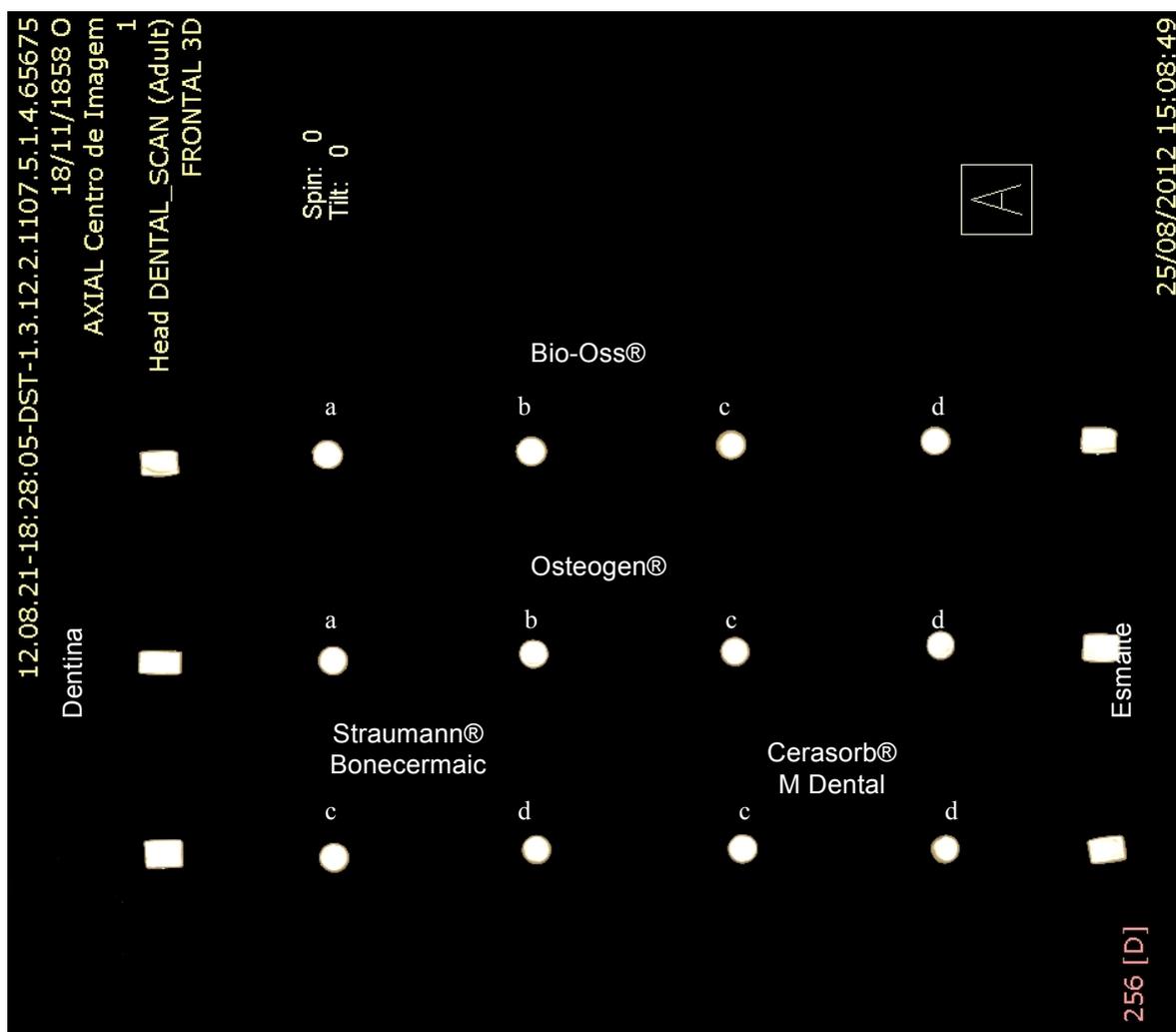


FIG. 36- Corte coronal, das amostras de esmalte, dentina e biomateriais dentais- Bio- Oss®, Cerasorb® M Dental, Straumann® Boneceramic e Osteogen®.
^a25 MPa; ^b 50 MPa ; ^c 75 MPa; ^d 100 MPa.

O corte coronal, das amostras de esmalte, dentina e biomateriais Bio-Oss®, Cerasorb® M Dental, Straumann® Boneceramic e Osteogen®, demonstrou que os biomateriais submetidos à pressão de condensação apresentaram aspecto homogêneo, fator essencial para a avaliação dos espécimes o que demonstra que as amostras foram uniformemente preparadas.

6 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos permitiram as seguintes conclusões:

As técnicas de Análise de Ativação Neutrônica (INAA), Análise Elementar (AE), Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES) e Fluorescência de Raios X (EDX), foram efetivas e permitiram a identificação dos principais elementos do esmalte, dentina e dos biomateriais dentais. As diferenças entre as duas técnicas de separação de esmalte e dentina investigadas foram estatisticamente significantes ($p < 0,05$) para todos os elementos exceto Cl nas amostras de esmalte e Ca nas amostras de dentina ($p > 0,05$).

As medidas do espectro de raios X empregando o esmalte e dentina humana e os biomateriais – Bio-Oss®, Cerasorb® M Dental, Straumann® Boneceramic e Osteogen® como atenuadores para as qualidades RQRs da International Electrotechnical Commission (IEC) confirmaram que a espessura e a composição das amostras avaliadas são fatores que determinaram a diferença no poder de penetração do feixe de raios X e na distribuição do espectro. Nos espécimes de esmalte e dentina a diferença na atenuação do feixe de raios X confirmaram a densidade maior do esmalte em relação à dentina.

O coeficiente de atenuação mássico do esmalte e dentina determinados pelo método experimental A apresentou variações em relação ao método teórico (programa WinXCOM). Observou-se que este comportamento seria atribuído às diferenças na composição das amostras e à regra da mistura utilizada pelo Programa WinXCOM.

A prensagem uniaxial dos biomateriais dentais em pastilhas cilíndricas permitiu realização das medidas do coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) pelo método experimental e mostrou a viabilidade da técnica para se obter valores em concordância com o coeficiente de atenuação mássico (μ/ρ) calculado pelo Programa WinXCOM. As mudanças no valor da pressão de condensação determinaram a variação das medidas do coeficiente de atenuação mássico.

Os biomateriais a base de fosfato de cálcio apresentaram o valor do número atômico efetivo superior ao do esmalte e dentina quando avaliados pelo Programa WinXCOM

na faixa de energia de 10 a 200 keV. O biomaterial Osteogen® apresentou o número atômico efetivo com menor diferença entre o número atômico efetivo do esmalte e da dentina. Observou-se, então, que a variação do número atômico efetivo é dependente do número atômico dos elementos constituintes e o conhecimento da composição do material é de primordial importância quando se utiliza a regra da mistura.

O número atômico efetivo do esmalte e dentina determinados utilizando os métodos experimentais apresentaram valores consistentes com aqueles apresentados pelo programa WinXCOM.

A densidade mineral (números TC) determinada por meio do exame de TC Multislice em esmalte e dentina apresentaram valores superiores aos valores definidos pelo osso compacto. O biomaterial Cerasorb® M Dental quando submetido à pressão de condensação de 75 mPa apresentou valor próximo à dentina (-2,8 %) e à pressão de 100 MPa valor próximo ao esmalte (+1,7 %) por este método de avaliação.

Diante das análises realizadas os biomateriais Osteogen® e Cerasorb® M Dental na sua formulação apresentaram-se como materiais a serem considerados possíveis tecidos substitutos para simulação do esmalte e dentina em estudos radiológicos.

7 REFERÊNCIAS

1. AADR. Recommendations for quality assurance in dental radiography the American Academy of Dental Radiology Quality Assurance Committee. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology**; v. 55, n. 4, p.421-426, 1983.
2. AIEA 2002 International Atomic energy Agency **Use of electron paramagnetic resonance dosimetry with tooth enamel for retrospective dose assessment**- Report of a co-ordinated project. December Vienna, Austria- Dosimetry and Medical Radiation Physics Section. 2002. 80 p.
3. ASTM F1185-03, 2009. American Society for Testing and Materials. Standard specification for composition of hidroxyapatite for surgical implants. 2009. 3p.
4. ASTM F1088-04a, 2010. American Society for Testing and Materials. Standard specification for beta- tricalcium phosphate for surgical implantation. 20. 2p.
5. ATTIX, F.H. **Introduction to Radiological Dosimetry**. 2. Ed. New York: John Wiley & Sons, 1986. 607 p.
6. BALDELLI, P; PHELAN, N.; EGAN, G. Investigation of the effect of anode/filter materials on the dose and image quality of a digital mammography system based on an amorphous selenium flat panel detector **The British Journal of Radiology**, v.83 , 290–5, 2010.
7. BHANDAL, G.S.; SINGH, K.. Photon attenuation coefficient and effective atomic number study of cemets. **Applied Radiation and Isotopes**; v.44, n.9, p.1231-43, 1993.
8. BHANDAL, G.S.L; SINGH, K. Effective atomic number studies in different biological samples for partial and total photon interactions in the energy region 10^{-3} to 10^5 MeV. **Applied Radiation and Isotopes**; v.44, n.9, p.1231-43, 1993.

9. BONTE E.; DESCHAPS N.; GOLDBERG M; VERNONIS V. Quantification of Free Water in Human Dental Enamel. *Journal of Dental Research*; v.67, n.5, p.880-2, 1988.

10. BUSHBERG, J. T.; SEIBERT, J.A.; LEIDHOLDT Jr., E.M.; BOONE, J.M. **The Essential Physics of Medical Imaging**. 3 ed., Wolters Kluwer, Philadelphia, USA. 290p, 2012.

11. CARLOS, M. T. **Tomografia Computadorizada: Formação da Imagem e Radioproteção**. LNMRI, IRD/CNEN. 2002. 25 p.

12. CEVIK U.; BACAŞIZ E.; DAMLA N.; ÇELİK A. Effective atomic numbers and electron densities for CdSe and CdTe semiconductors, **Radiation Measurements**, v.43, p.1437-44, 2008.

13. CRUZ, G.A.; TOLEDO, S.; SALLUM, E.A.; LIMA, A.F.M. Morphological and chemical analysis of bone substitutes by scanning electron microscopy and microanalysis by spectroscopy of dispersion energy. **Brazilian Dental Journal**; v.18, n.2, p.129-33, 2007.

14. DALCUSI, G.; LABOUX, O.; MALARD, O.; WEISS, P. Current state of the art of biphasic calcium phosphate bioceramics. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**; v. 14, p.195-200, 2003.

15. EKINCI, N; ASTAM, N. Measurements of mass attenuation coefficients of biological materials by energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry. **Radiation Measurements**; v. 42, p.428-30, 2007.

16. ELFERSI, S.; GREGOIRE, G.; SHARROCK, P. Characterization of sound human dentin particles of sub-millimeter size. **Dental Materials Journal**, v. 18, p.529-34, 2002.

17. European Commission of Radiation Protection. **European guidelines on radiation protection in dental radiology. The safe use of radiographs in dental practice.** N. 136. 2004. 289 p.
18. FERREIRA, C. C.; MAIA, A. F.; XIMENES, E. E. M.; GARCIA, C. A. B. Cálculo dos coeficientes de absorção energética de dez materiais para utilização em tomografia computadorizada. **Scientia Plena**; v. 5, n. 11, p. 1-8, 2009.
19. FEWELL TR, SHUPING RE, HAWKINS KR. **Handbook of computed tomography x-ray spectra.** HHS Publication (FDA) p. 8100-62, 1981.
20. FOLEY, J.D.; DAM, A. VAN; FEINER, S.K.; HUGHES, J.F. **Computer graphics. Principles and practice.** New York, 2.ed., Addison-Wesley, 1990.
21. FRAGOSO, M.C.F.; OLIVEIRA, M.L.; SANTOS, M.A.P. Caracterização de qualidades de feixes de raios X para uso em radiologia odontológica. II CONNEPI- II Congresso de Pesquisa e Inovação da rede Norte Nordeste de Educação Tecnológica. João Pessoa- PB, 2007.
22. GARBUZ, V. V.; KRAVCHENKO, L. F.; KUROCHKIN, V. D.; ULYANCHICH, N. V.; KORNILOVA, V. I. analysis of the chemical composition of a bioceramic based on hidroxyapatite and tricalcium phosphate. **Powder Metallurgy and Metal Ceramics**; v. 37, n. 3-4, p.3-4, 1998.
23. GEWARD L.; GUILBERT, N.; JENSEN, K.B.; LEVRING, H. WinXCom- a program for calculating X-ray attenuation coefficients. **Radiation Physics and Chemistry**, v.71, p.653-4, 2004.
24. HAN, I.; DEMIR, L. Mass attenuation coefficients, effective atomic and electron numbers of Ti and Ni alloys. **Radiation Measurements**, v. 44, p.289-94, 2009.
25. HINE, G. J. The effective atomic numbers of materials for various gamma interactions. **Physics Review**; v.85, p.725, 1952.

26. HOLAGER, J. Thermogravimetric examination of enamel and dentin. *Journal of Dental Research*, v. 49, p. 546-8, 1970.
27. HOLAGER, J. Thermogravimetric experiments on tooth carbonates. *Journal of Dental Research*; v. 51, p.102-6, 1972.
28. IÇELLI, O.; ERZENEGLU, S. Effective atomic numbers of some vanadium and nickel compounds for total photon interactions using transmission experiments. **Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer**. v. 85, p.115-24, 2004.
29. ICRU 1989. Tissue Substitutes in Radiation Dosimetry and Measurement, Report 44 of the International Commission on Radiation Units and Measurements . Bethesda, MD. 24p.
30. Intra-Lock® System, 2012. < <http://www3.intra-lock.com.br/site/>, acesso em 05/09/2012>.
31. ISO/IEC 61267, 2005. Medical Diagnostic X-ray Equipment—Radiation Conditions for Use in the Determination of Characteristics. Second ed.
32. JADA, 2006. The use of dental radiographs. Update and recommendations. American Dental association council on scientific affairs. **Journal of the American Dental Association**, v.137, 1304-12.
33. KAGINELLI, S.B.; RAJESHWARI, T.; SHARANABASAPPA; KERUR, B.R.; KUMAR, A.S. Effective atomic numbers and electron density of dosimetric material. **Journal of Medical Physics**, v. 34, p.176-9, 2009.
34. KALITA, S.J.; BHARDWAJ, A.; BHATT, H. A. Nanocrystalline calcium phosphate ceramics in biomedical engineering. **Materials Science & Engineering**; v. 27, p.441-9, 2007.
35. KERUR, B.R.; MANJULA, V.T.; LAGARE, M.T.; ANIL KUMAR, S. Mass attenuation coefficient of saccharides for X-rays in the energy range from 8 keV to 32 keV. **Radiation Measurements**, v.44, p.63-7, 2009.

36. KOÇ N.; H. OZYOL. Z-dependence of partial and total photon interactions in some biological samples. **Radiation Physics and Chemistry**; v.59, p.339-45 2000.
37. KUMAR, T. K.; REDDY, K. V. Effective atomic numbers for materials of dosimetric interest. **Radiation Physics and Chemistry**; v. 50, n. 6, p.545-53, 1997.
38. LACERDA, K. A.; LAMEIRAS, F. S.; SILVA, V.V. Síntese e caracterização de matrizes porosas de hidroxiapatita para aplicação como fontes radioativas em braquiterapia. **Revista Escola de Minas**; v. 59, n. 2, p.1-9, 2006.
39. LACERDA, M.A.S.; SILVA, T.A.; OLIVEIRA, A.H. Influência da metodologia de avaliação da camada semi-redutora em radiologia diagnóstica. **Radiologia Brasileira**; v.40, n.5, p. 331-6, 2007.
40. LAKAMAA E.L.; RYTÖMAA I. Mineral composition of enamel and dentin of primary and permanent teeth in Finland. **Scandinavian Journal of Dental Research**; v.85, p.89-95, 1977.
41. LEGEROS, R.Z. Calcium phosphates in oral biology and medicine. Monographs in Oral Sciences. 1 ed. New York: Oral Sciences Myers H, v.15, 1991. 200p.
42. LEGEROS, R.Z. Properties of osteoconductive biomaterials: calcium phosphate. **Clinical Orthopedics and Related Research**; n.395, p.81-98, 2002.
43. LEGEROS, R.Z.; LIN, S.; ROHANIZADEH, R.; MIJARES, D.; LEGEROS, J.P. Biphasic calcium phosphate bioceramics: preparation, properties and applications. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**; v.14, p.201-9, 2003.
44. LIM, J.J.; LIBOFF, A.R. Thermogravimetric analysis of dentin. *Journal of Dental Research*; v. 51, p.509-14, 1972.
45. LITTLE M.F.; CASCIANI, F.S. The nature of water in sound human enamel. A preliminary study. **Archives of Oral Biology**; v.11, p. 565-71, 1966.

46. LOW, I.M.; DURAMAN, N; MAHMOOD; U. Mapping the structure, composition and mechanical properties of human teeth. **Materials Science & Engineering**, v.28, p.243-7, 2008.
47. MAEDA, K.; MATSUMOTO, M.; TANIGUCHI, A. Compton-scattering measurement of diagnostic x-ray spectrum using high-resolution Schottky CdTe detector. **Medical Physics**; 32, 1542-7, 2005.
48. MANLY, R.S.; HODGE, H.C.; ANGE, L.E. Density and refractive studies of dental hard tissues: II. Density distribution curves 1, 2. **Journal Dental Research**, v.18, p.203-11, 1939.
49. MANOHA, S.R.; HANAGODIMATH, S.M. Energy dependence of effective atomic numbers for photon energy absorption interaction: Studies of some biological molecules in the range 1keV-20MeV. **Medical Physics**; v.35, n.1, p.388-402, 2008.
50. MAROKOVIC, M.; FOWLER, B.O.; TUNG, M.S. Preparation and comprehensive characterization of a calcium hydroxyapatite reference material. **Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology**; v. 109, n.6, p.553-68, 2004.
51. MENEZES, M.A.B.; MAIA, E.C.P.; FILHO, S.S.; ALBINATI, C. Assessment of occupational exposure and contamination. **Journal Radioanalytical Nuclear Chemistry**; v.254, p.499-507, 2002.
52. MIYAJIMA, S.; IMAGAWA, K. CdZnTe detector in mammographic x-ray spectroscopy. **Physics in Medicine and Biology**; v. 47; p.3959-72, 2002.
53. MIYAJIMA, S. Thin CdTe detector in diagnostic x-ray spectroscopy. **Medical Physics**. v. 30, p. 771-777, 2006.
54. MORABAD, R.B.; KERUR, B.R. Mass attenuation coefficients of X-rays in different medicinal plants. **Applied Radiation and Isotopes**; v.68, p.271-274, 2010.

55. NANJI, A. Ten Cate's: **Oral Histology: Development, Structure, and Function**. 7 ed. Missouri: Mosby Elsevier, 2008. 411 p.
56. NICKOLOFF, E.L.; BERMAN, H.L. Factors affecting X-ray spectra. **RadioGraphics**; v. 13, p.1337-48, 1993.
57. NIST XCOM: Photon Cross Sections Database. NIST Standard Reference Database 8 (XGAM). Disponível em: <<http://physics.nist.gov/PhysRefData/Xcom/html/xcom1.html>> Acesso em 05 de jun. de 2011.
58. NOGUEIRA, M.S. Determinação dos fatores de conversão de kerma no ar e de fluência para o equivalente para o equivalente de dose ambiental para raios X gerados no intervalo de 50 kV a 125 kV. 1997. 118p. – tese em Ciências na área nuclear. Universidade de São Paulo, S.P., 1997.
59. OKTAR, F.N.; KESENCI, K.; PISKIN E. Characterization of processed tooth hydroxyapatite for potential biomedical implant applications. **Artificial Cells, Blood Substitutes and Biotechnology**; v.27, n.4, p.367-79, 1999.
60. OKTAR, F.N. Microstructure and mechanical properties of sintered enamel hydroxyapatite. **Ceramics International**; v. 33, p.1309-14, 2007.
61. OLIVEIRA, R.C.G.; LELES, C.R.; CUNHA, H.A. Assessments of trabecular bone density at implant sites on CT images. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology**, v.105, p.231-8, 2008.
62. OOI, C.Y.; HAMDI, M.; RAMESH, S. Properties of hydroxyapatite produced by annealing of bovine bone. **Ceramics International**, v. 33, n.7, p.1171-7, 2007.
63. OZDEMIR, Y.; KURUDIREK M. A study of total mass attenuation coefficients, effective atomic numbers and electron densities for various organic and inorganic compounds at 59.54 keV. **Annals of Nuclear Energy**; v.36, p.1769-73, 2009.

64. PARTHASARADHI, K. Effective atomic numbers of biological materials in the energy region 1 a 50 MeV photons, electrons, and He ions. **Medical Physics**; v.16, n.4, 653-4, 1989.
65. PARTHASARADHI K.; A. ESPOSITO; M. PELLICIONI. Photon attenuation coefficients in tissue equivalent compounds. **Applied Radiation and Isotopes**; v.43, n.12, p.1481-4, 1992.
66. POLAT, R.; IÇELLI, O. Measurement of the effective atomic numbers of compounds with cerium near to the absorption edge. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A**; v. 615, p. 201–20, 2010.
67. PROKOP M. & GALANSKI M. **Spiral and Multislice Computed Tomography of the Body**. New York: 1. ed. Stuttgart, Germany: Georg Thieme Verlag ; 2003. 221p.
68. RAO, B.V.T.; RAJU, M.L.N.; NARASIMHAM, K.L.; K. PARTHASARADHI and RAO, B.M.. Interaction of low-energy photons with biological materials and the effective atomic number. **Medical Physics**; v.12, n.6, p.745-48, 1985.
69. ROSADO, P. H. G. Determinação experimental dos coeficientes de conversão de kerma no ar para o equivalente de dose pessoal, $H_p(d)$, e fatores de retroespalhamento em feixes de raios-x diagnóstico. 2008. 123f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia das Radiações, Minerais e Materiais). Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN). Belo Horizonte, 2008.
70. SAIKI, M.; ADACHI, L.K.; ADACHI, E.M. Elemental comparison in sound and carious human teeth by instrumental neutron activation analysis. **Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry**; v. 282, p.29-32, 2009.
71. SCHNEIDER, T., KRAMER, H.M. A new method for an improved determination of continuous photon fluence spectra for X-ray tube voltages up to 150 kV. **Radiation Protection and Dosimetry**; v. 121, p. 370-375, 2006.

72. SERVOMAA, A. Design criteria for and evaluation of phantoms for dental radiography. **Radiation Protection Dosimetry**, v. 49, n.1/3, p. 113-6, 1993.
73. SHIVARAMU; VIJAYAKUMAR, R.; RAJASEKARAN, L.; RAMAMURTHY, N. Effective atomic numbers for photon energy absorption of some low-Z substances of dosimetric interest. **Radiation Physics and Chemistry**; v.62, p.371-7, 2001.
74. SHIVARAMU. Effective atomic numbers for photon energy absorption and photon attenuation of tissues from human organs. **Medical Dosimetry**; v. 27, n. 1, p.1-9, 2002.
75. SMITH, B.R; YOUNGBERG, C; FINTON, D; WILLEY, D.; WILLIAMS, T.R. A new procedure for separation of the enamel and dentin of human teeth. **Talanta** v.31, p.955-8, 1984.
76. SOARES, M.A.B.; ADACHI, E.M.; SAIKI, M. INAA of enamel and dentin samples of a group of children and adults: A comparative study. **Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry**; v. 276, p.49-52, 2008.
77. SOREMARK, R.; SAMSAHL, K. Gamma- ray spectrometric analysis of elements in normal human dentin. *Journal of Dental Research*; v. 41, p.603-6, 1962.
78. STRAUMANN® BONECERAMIC: **Cerâmica fosfato de cálcio bifásica [(60% de HÁ e 40% de (β-TCP))]: grânulos**. **Basiléia**, Suíça: Straumann. 2008. Especificações do fabricante.
79. TADIC, D.; EPPLE, M. A thorough physicochemical characterization of 14 calcium phosphate-based bone substitution materials in comparison to natural bone. **Biomaterials**; v.25, p.987-94, 2004.
80. TRAINI, T.; DEGIDI, M.; SAMMONS, R.; STANLEY, P.; PIATTELLI, A. Histologic and elemental microanalytical study of inorganic bovine bone substitution following sinus floor augmentation in humans. **Journal Periodontology**; v.79, n.7, p.1232-40, 2008

81. VETTER S., STRECKER E. P. Clinical aspects of quality criteria in digital radiography. *Radiation Protection Dosimetry*; v. 94, n.1-2, p. 33-6, 2001.
82. WEATHERELL, J.A. Composition of dental enamel. **British Medical Journal**; v. 31, 115-9, 1975.
83. WHITE, D.R. An analysis of the Z-dependence of photon and electron interactions. **Physics in Medicine and Biology**; v.22, n.2, p.219-28, 1977.
84. WHITE, D.R. Tissue substitutes in experimental radiation physics. **Medical Physics**; v.5, n.6, p.467-479, 1978.
85. WOLBARST, A.B. **Physics of Radiology. Norwalk, CT.** Norwalk, Connecticut : Appleton & Lange Publisher, 1993. 140 p.
86. YANG, N.C.; LEICHNER, P.K.; HAWKINS, W.G. Effective atomic numbers for low-energy total interactions in human tissues. **Medical Physics**; v.14, n.5, p.759-66, 1987.
87. Yakoumakis, E. N.; Tierris, C. E.; Stefanou, E.P.; Phanourakis, I. G. & Proukakis, C.C. Image quality assessment and radiation doses in intraoral. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology**; v.91, n.3, p. 362-8, 2001.
88. ZENOBIO M.A.F.; SILVA, T.A. Absorbed dose on patients undergoing tomographic exams for pre-surgery planning of dental implants. **Applied Radiation Isotopes**; v. 65, p.708-1, 2007.
89. ZENÓBIO, E.G.; ZENÓBIO, M.A.F.; NOGUEIRA, M.S.; SILVA, T.A.; SHIBLI, J.A.. Absorbed radiation doses during tomographic examinations in dental implant planning: a study in humans. **Clinical Implant Dentistry and Related Research**; p. 1-7, 2010.