



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
MESTRADO EM ODONTOLOGIA**

**FORMULAÇÃO DE UM CIMENTO EXPERIMENTAL À BASE DE ÓXIDO DE ZINCO E
ÓLEO-RESINA DE COPAÍBA E SUA CAPACIDADE DE RETENÇÃO NA
CIMENTAÇÃO DE COROAS PROVISÓRIAS**

CÁSSIA CUNHA DE LIMA

Manaus - AM
2022

CÁSSIA CUNHA DE LIMA

FORMULAÇÃO DE UM CIMENTO EXPERIMENTAL À BASE DE ÓXIDO DE ZINCO E ÓLEO-RESINA DE COPAÍBA E SUA CAPACIDADE DE RETENÇÃO NA CIMENTAÇÃO DE COROAS PROVISÓRIAS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Amazonas como requisito final para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Orientadora: Prof^a Dr^a Carina Toda

Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Nikeila Chacon de Oliveira Conde

Manaus - AM
2022

Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

L732f Lima, Cássia Cunha de
Formulação de um cimento experimental à base de óxido de zinco e óleo-resina de copaíba e sua capacidade de retenção na cimentação de coroas provisórias / Cássia Cunha de Lima . 2022
61 f.: il. color; 31 cm.

Orientadora: Carina Toda
Coorientadora: Nikeila Chacon de Oliveira Conde
Dissertação (Mestrado em Odontologia) - Universidade Federal do Amazonas.

1. Materiais dentários. 2. Cimentos dentários. 3. Resistência à tração. 4. Fitoterapia. I. Toda, Carina. II. Universidade Federal do Amazonas III. Título

CÁSSIA CUNHA DE LIMA

FORMULAÇÃO DE UM CIMENTO EXPERIMENTAL À BASE DE ÓXIDO DE ZINCO E ÓLEO-RESINA DE COPAÍBA E SUA CAPACIDADE DE RETENÇÃO NA CIMENTAÇÃO DE COROAS PROVISÓRIAS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Amazonas como requisito final para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Aprovada em 04 de MRÇO DE 2022.

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Carina Toda
Universidade Federal do Amazonas
Orientadora

Prof. Dr. Rachid Pinto Zacarias Filho
Universidade do Estado do Amazonas
Membro

Profa. Dra. Maria Fulgência Costa Lima Bandeira
Universidade Federal do Amazonas
Membro

Ao homem que com muita fé em Deus e um salário-mínimo sustentou uma família linda, feliz e unida. Ao ser humano mais devoto a Deus, honesto, forte, simpático, dedicado, generoso e com maior amor à vida que eu conheci. Meu grande apoio desde que nasci, o motivo da conclusão desse trabalho: meu pai (*in memoriam*).

AGRADECIMENTOS

A Deus que me sustenta com vida e saúde. Que me deu oportunidades inimagináveis e colocou pessoas incríveis no meu caminho para que esse trabalho fosse concluído.

Aos meus pais Aleixo e Eliana e meus irmãos Carswell e Karen, pelos quais eu faço tudo.

Ao Comandante da Base de Adm e Ap do 4º BAvEx de 2018 a 2020, Coronel Bailone por ter viabilizado meu ingresso no mestrado, incentivado o desenvolvimento de cada etapa, por não ter me permitido desistir e por ter se certificado de que esse trabalho seria concluído.

A minha orientadora, professora Dra. Carina Toda, de quem eu sou fã. Agradeço pela sabedoria nas palavras e nas ações, pelos conselhos, pela generosidade todo o tempo, pela paciência e por compartilhar tanto conhecimento. Por estar do meu lado nos momentos fáceis e difíceis, do início ao fim. Assim como a minha co-orientadora, professora Dra. Nikeila Conde, por ter contribuído para o desenvolvimento desse trabalho e por se preocupar com meu amadurecimento acadêmico. Agradeço por não terem largado minha mão.

A todos os componentes do grupo de pesquisa do LABFITO-UFAM e ao Prof. Dr. Rachid Zacarias Filho: profissionais maravilhosos que participaram da escrita do projeto até a conclusão desse trabalho. Agradeço por toda ajuda na minha vida pessoal e acadêmica

À professora Tatiane Pereira de Souza, pela autorização do uso do LIDETEF-UFAM e aos meus amigos Fernanda Brito, Diego Freitas e Serafim Florentino: profissionais de excelência, doutorandos extremamente dedicados - os grandes responsáveis pela parte farmacológica e química deste trabalho. Sem eles o projeto não seria executado. Minha profunda gratidão. Assim como, ao professor Dr. Antônio Batista da Silva da Faculdade de Ciências Farmacêuticas pela doação do óleo essencial de copaíba utilizado nesta pesquisa.

Ao TPD Luiz Claudio e Alcione do SRC Prótese Odontológica pelo auxílio na confecção dos corpos de prova. Ao corpo docente da FAO-UFAM, ao PPGO-UFAM e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES pelo apoio por meio do Programa Nacional de Cooperação Acadêmica da Amazônia – PROCAD e a Faculdade de Odontologia da Universidade Estadual de Campinas – FOP/UNICAMP pelo apoio técnico em parte do experimento desta pesquisa, em especial ao professor Dr. Américo Bortolazzi Correr, à professora Dra. Cíntia Pereira Machado Tabchoury, ao Sr. Marcos Blanco Cangiani e à Sra. Selma Aparecida Barbosa Segalla. E à minha, amiga Dra. Mayara Noronha pelo acolhimento.

RESUMO

As próteses provisórias são cimentadas com cimentos também temporários, que devem auxiliar na retenção da restauração durante a função mastigatória. Um dos agentes utilizados para essa finalidade é à base de óxido de zinco e eugenol (OZE), que possui em sua composição um componente com citotoxicidade considerável e pode causar interferência na polimerização de materiais resinosos. O óleo de copaíba é um fitoterápico amplamente utilizado pela população amazônica e tem reconhecidas propriedades antimicrobianas e anti-inflamatórias, além da alta biocompatibilidade. O objetivo desse trabalho foi formular um cimento experimental a base de óxido de zinco e óleo essencial de copaíba, além de comparar a retenção de coroas provisórias cimentadas com aquelas cimentadas utilizando o cimento temporário RelyX Temp NE[®]. Vinte terceiros molares humanos foram incluídos em tubos PVC contendo resina acrílica autopolimerizável e preparados com conicidade, término cervical e face oclusal padronizados. Foram cimentadas 10 coroas provisórias com o cimento de copaíba e em paralelo, 10 com o RelyX Temp NE[®]. Após vinte e quatro horas submersas em saliva artificial, as coroas foram tracionadas em uma máquina universal de ensaios a 1.0 mm/min, e os resultados submetidos aos testes estatísticos de Mann Whitney. Foi possível a formulação e utilização de um cimento à base de óxido de zinco e copaíba para cimentação provisória e as coroas cimentadas com o cimento de copaíba apresentaram maior resistência à tração, quando comparadas às cimentadas com o RelyX Temp NE[®].

Palavras-Chave: Materiais dentários; Cimentos dentários; resistência à tração; Fitoterapia.

ABSTRACT

Temporary fixed prostheses are cemented with provisional cements, which must be auxiliary cementations in the restoration during the masticatory function. One of the agents used for this purpose is zinc oxide eugenol cement, which has in its composition a component with cytotoxicity and base and can cause polymerization of resinous materials. Copaiba oil is a phytotherapeutic widely used by the Amazonian population with recognized antimicrobial and anti-inflammatory properties, in addition to high biocompatibility. The objective was to formulate an experimental cement with Copaiba essential oil and zinc oxide and to compare provisional crowns retention cemented using the temporary cement RelyX Temp . Twenty human third molars was included on PVC containing self-curing resin and prepared in a standardized way. Ten provisional crowns were cemented with copaiba cement and 10 parallel with RelyX Temp NE®. After twenty-four hours submerged in artificial saliva, the crowns were pulled in an universal testing machine at 1.0 mm/min. The results were selected for Mann-Whitney's statistical tests. The formulation and use to cement based on zinc oxide and copaiba for temporary cementation was possible and highest strengths with copaiba cement showed tensile strength when the crowns were cemented with RelyX Temp ®.

Key words: Dental materials; Dental cements; tensile strength; Phytotherapy.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Pesagem dos componentes sólidos.....	30
Figura 2 - (a) Resíduo de copaíba; (b) Ingredientes da parte 1 e parte 2 antes da espatulação.....	31
Figura 3 - Aspecto do cimento após 1 minuto de manipulação	32
Figura 4 – (a) Pesagem do acrílico em pó; e, (b) inserção da resina manipulada nos tubos PVC para inclusão dos dentes	33
Figura 5 – (a) Medidor da pressão sob a qual os dentes foram mantidos; (b) Aspecto final do dente incluído	33
Figura 6 - Caneta de alta rotação posicionada no delineador	34
Figura 7 - Dente após o desgaste axial e com o preparo finalizado.....	34
Figura 8 - Inserção do dispositivo metálico para adaptação da coroa na máquina de ensaios universal.....	35
Figura 9 - Proporção base-catalisador do RelyX Temp NE para manipulação	35
Figura 10 - Cimentação das coroas provisórias	36
Figura 11 - (a) Dentes imersos em saliva artificial; (b) Estufa onde foi mantida a temperatura dos dentes com as coroas cimentadas	37
Figura 12 – (a) Célula de carga de 500N e garra posicionada na máquina de ensaios universal; (b) Dente adaptado a máquina de ensaios	37
Figura 13 - (a) Painel operacional do equipamento indicando a força e o deslocamento realizado (visão frontal); (b) Software da Instron 4411® (Illinois Tool Works Inc.)	38
Figura 14 - Gráfico de pareto para efeitos das variáveis independentes (% Óleo e % Ácido) sobre variável dependente Tempo de Trabalho.....	41

- Figura 15** - (a) Representação gráfica (X=%Óleo versus Y=%Ácido) em 3D do modelo quadrático proposto para resposta Tempo de Trabalho; (b) Representação gráfica (X=%Óleo versus Y=%Ácido) em 2D do modelo quadrático proposto para resposta Tempo de Trabalho.....41
- Figura 16** - Gráfico de Pareto para efeitos das variáveis independentes (% Óleo e % Ácido) sobre variável dependente Tempo de Presa.....43
- Figura 17** - (a) Representação gráfica (X=%Óleo versus Y=%Ácido) em 3D do modelo quadrático proposto para resposta Tempo de Presa; (b) Representação gráfica (X=%Óleo versus Y=%Ácido) em 2D do modelo quadrático proposto para resposta Tempo de Presa.....43
- Figura 18** - Carga (N) x Extensão (mm) durante o teste de remoção da coroa de número 2 cimentada com cimento de óxido de zinco e copaíba.....44
- Figura 19** - Carga (N) x Extensão (mm) durante o teste de remoção da coroa de número 8 cimentada com cimento de óxido de zinco e copaíba45
- Figura 20** - Comparação dos valores de tração do cimento de óxido de copaíba e RelyX TEMP NE®45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Dados de construção do desenho experimental.....	27
Tabela 2 - Componentes da mistura e codificação	28
Tabela 3 - Variações de cada formulação e seus respectivos valores em relação aos fatores	28
Tabela 4 - Respostas em relação ao ácido - óleo essencial com os tempos de trabalho e presa	39
Tabela 5 - Efeitos estimados da resposta Tempo de Trabalho do planejamento composto central	40
Tabela 6 - Efeitos estimados da resposta Tempo de Trabalho do planejamento	42
Tabela 7 - Valores da carga necessária, em Newtons (N), para a remoção das coroas registrada pela máquina de ensaios.....	44
Tabela 8 - Descrição das variáveis utilizada no experimento dos cimentos	46

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Exemplos de cimentos temporários comerciais, sua composição e características físicas	18
Quadro 2 - Composição da formulação de cimento provisório	29
Quadro 3 - Descrição dos grupos para cimentação das coroas provisórias.....	36

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ADA	American Dental Association
<i>et al</i>	e outros (abrev. de “et ali”)
FCF	Faculdade de Ciências Farmacêuticas
<i>L. ferrea</i> L	<i>Libidibia ferrea</i> Linné
LIDETEF	Laboratório de Inovação e Desenvolvimento em Tecnologia Farmacêutica
Ltda	Limitada
min	minuto
OZE	Óxido de zinco e eugenol
PA	Pró-análise
pH	Potencial hidrogeniônico
PVC	Policloreto de vinila
s	segundo
UFAM	Universidade Federal do Amazonas

LISTA DE SÍMBOLOS E UNIDADES

%	porcentagem
<	menor que
®	marca registrada
°C	graus Celsius
µm	micrômetro
g	grama
kg	quilograma
mg	miligrama
mL	mililitros
mm	milímetro
MPa	Mega Pascal
N	newton
Nº	número

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	REVISÃO DE LITERATURA	16
2.1	Restaurações protéticas temporárias	17
2.2	Cimentos provisórios	18
2.3	Retenção de cimentos provisórios	19
2.4	Cimentos de Óxido de zinco e eugenol (OZE)	20
2.5	Óleo-resina de Copaíba	21
2.6	Propriedades medicinais do Óleo de Copaíba	22
3	OBJETIVOS	24
3.1	Geral	24
3.2	Específicos	24
4	MATERIAIS E MÉTODOS	25
4.1	Considerações éticas	25
4.2	Otimização da Formulação	27
4.3	Formulação do cimento provisório à base de óxido de zinco e copaíba	28
4.3.1	Composição da formulação do cimento provisório	28
4.3.2	Preparo e Avaliação Inicial do Cimento Provisório	30
4.4	Ensaio de Tração	32
4.4.1	Preparo dos dentes e confecção das coroas provisórias	32
4.4.2	Cimentação das coroas de resina acrílica	35
4.4.3	Teste de tração	37
4.5	Análise estatística	38
5	RESULTADOS	39
5.1	Análise da influência do ácido acético e do óleo essencial no tempo de presa do cimento	40
5.2	Testes de Tração	44
5.3	Análise Estatística	45
6	DISCUSSÃO	47
7	CONCLUSÃO	52
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	53
	APÊNDICE A - PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA E PESQUISA	59

1 INTRODUÇÃO

Na maioria das vezes, uma coroa provisória é confeccionada apenas como uma restauração temporária, com um tempo de permanência de boca definido previamente, apenas aguardando a prótese definitiva. Entretanto, essa restauração tem grande importância para prevenção de danos no dente preparado para receber a prótese definitiva, e conseqüentemente, evita alterações que podem inviabilizar o resultado final da reabilitação (QUEIROZ et al., 2021).

Uma prótese provisória satisfatória deve proteger a polpa de estímulos externos, manter a posição dos dentes, manter a oclusão correta e deve ser confeccionada de modo a permitir a fácil higienização pelo paciente (KEYS et al., 2016). Além desses requisitos primordiais, ela deve ter a capacidade de se manter estável na boca durante o período necessário da conclusão da prótese definitiva.

Para isso, considerando os cuidados técnicos na execução desse tipo de prótese, um cimento temporário adequado deve ser usado servindo como um meio de cimentação transitória para essas coroas provisórias (ALABDULKADER et al., 2018). A cimentação temporária também é usada na implantodontia, utilizando as mesmas razões das próteses sobre dentes (NAGASAWA et al., 2014).

A cimentação das coroas provisórias, assim como a das definitivas, demanda cuidados específicos quanto às propriedades dos cimentos temporários, que variam quanto à fluidez, tempo de presa, retenção e espessura de película (SHEKAR et al., 2010). Os agentes cimentantes podem proporcionar diferentes níveis de retenção, o que depende de múltiplos fatores como o pH intraoral, as forças oclusais e as mudanças de temperatura no ambiente oral (MORIS et al., 2015).

Atualmente existem cimentos provisórios à base de hidróxido de cálcio, resina, e óxido de zinco com e sem eugenol. Os cimentos à base de óxido de zinco e eugenol, devido a sua versatilidade, são comumente utilizados na prática clínica diária odontológica. São classificados em: Tipo I: Cimentação provisória; Tipo II: Cimentação provisória de próteses fixas; Tipo III: Obturação provisória e bases isolantes térmicas; e, Tipo IV: Obturação provisória, sendo também utilizados no selamento de canais radiculares e como curativo periodontal (ANUSAVICE, SHEN e RAWLS, 2013).

O cimento de óxido de zinco e eugenol possui propriedades, como resistência suficiente para retenção da restauração provisória, vedamento total da coroa e fácil

remoção quando necessário, tornando-se excelente para cimentação de coroas em resina acrílica. No entanto, o eugenol pode causar irritação pulpar e interferência no uso de materiais resinosos de núcleos de preenchimento e cimentos posteriormente utilizados no mesmo dente (DERSLEY e MASRY, 2006; ANUSAVICE, SHEN e RAWLS, 2013).

O eugenol presente nesses materiais é um composto fenólico, sendo o principal constituinte do óleo de cravo. Apesar de suas propriedades anti-inflamatórias e antimicrobianas, a exposição a altas concentrações desse produto tem efeito citotóxico e neurotóxico, o que se torna indesejável quando utilizado sobre polpas vivas. Além disso, o eugenol possui interações químicas com monômeros resinosos que causam o retardo ou inibição da polimerização de resinas utilizadas em núcleos e cimentos (DERSLEY e MASRY, 2006; GOMES et al., 2006; LAWSON et al., 2007; GALAZI et al., 2015; ARORA et al., 2016; OLIVEIRA et al., 2021).

Pesquisas envolvendo a substituição do eugenol em um cimento provisório à base de óxido de zinco e eugenol é justificável pelas razões anteriormente citadas. Sendo assim, e buscando uma alternativa com características mais favoráveis ao paciente, para o desenvolvimento dessa pesquisa foi utilizado o óleo de copaíba, fitoterápico de uma árvore nativa da região amazônica com potencial terapêutico na Odontologia (GARRIDO et al., 2010). Em vista disso, a associação entre óxido de zinco e copaíba já se mostrou possível e eficaz, tendo resultados como baixa citotoxicidade, atividade antimicrobiana e anti-inflamatória (VASCONCELLOS et al., 2008).

Considerando as propriedades medicinais do óleo-resina de copaíba e resultados encontrados por autores como Pieri et al. (2012), utilizando a *Copaifera officinalis* e Simões et al. (2016) com a *Copaifera mutijuga*, e Lopes et al. (2018), em seu teste de retenção de cimentos provisórios, este trabalho teve como objetivo formular um cimento experimental à base de óleo-resina de copaíba e óxido de zinco e comparar a retenção de coroas provisórias cimentadas com este agente cimentante com o cimento temporário RelyX Temp NE® que foi selecionado devido a proximidade da formulação com a patente do cimento endodôntico a base de óxido de zinco e copaíba desenvolvido por Garrido et al., 2004, utilizada como ponto de partida desta pesquisa.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Restaurações protéticas temporárias

Uma restauração protética temporária permite ao paciente manter-se socialmente ativo, em condições funcionais, estéticas e psicológicas satisfatórias. A prótese provisória bem executada contribui substancialmente para o sucesso do tratamento reabilitador e atua como referencial para planejar e executar a prótese definitiva, tanto estética quanto funcionalmente (ALABDULKADER *et al.*, 2018).

Esse tipo de coroa deve ser resistente à abrasão e ter uma resistência suficiente para diminuir o risco de fratura durante a função e deve permitir que a saúde gengival seja mantida por meio dos adequados contornos, adaptação marginal e polimento da superfície (CARDOSO *et al.*, 2019). Seu tempo de uso pode ser de 1 a 2 semanas, podendo ser alterado até por mais seis meses caso seja necessária a proervação de cirurgias ou durante a finalização de tratamento ortodôntico (QUEIROZ *et al.*, 2021).

Por menor que seja o traumatismo durante o preparo do dente, há algum tipo de resposta inflamatória pulpar. A recuperação da polpa depende basicamente do grau de injúria e da excelente adaptação das margens da prótese. Ademais, segundo as especificações da ANSI/ADA número 30 (2013) sobre os cimentos odontológicos à base de óxido de zinco, o agente cimentante provisório ideal necessita de características como ação anti-inflamatória, ser um bom isolante termoquímico, possuir baixo grau de solubilidade em meio bucal e evitar infiltração (ANUSAVICE, SHEN e RAWLS, 2013)).

O cimento provisório deve fornecer adequada resistência para auxiliar na retenção da prótese temporária durante a função. No entanto, a retenção desenvolvida pelo cimento provisório deve ser baixa o suficiente para permitir a remoção da prótese provisória depois de um tempo determinado (LAWSON *et al.*, 2007).

2.2 Cimentos provisórios

A escolha do cimento temporário depende da necessidade de ação medicamentosa específica sobre a polpa, do grau de retenção ao dente pilar, tempo de permanência da prótese na boca, extensão da prótese e grau de mobilidade dos pilares. Por esses motivos, é necessário que o cimento promova uma resistente união entre os diferentes substratos, quer seja mecânica, química, micromecânica ou por uma combinação destas, dependendo da natureza do cimento e do substrato dentário (PEGORARO et al., 2014).

As propriedades dos cimentos temporários variam quanto à fluidez, tempo de trabalho, retenção e espessura da película. São encontrados comercialmente aqueles à base de resina, e também os à base de hidróxido de cálcio. Além desses, existem os cimentos à base de óxido de zinco, com ou sem eugenol. O Quadro 1 resume informações contidas nas bulas de alguns cimentos temporários disponíveis no mercado atualmente.

Quadro 1 - Exemplos de cimentos temporários comerciais, sua composição e características físicas

Produto comercial	Apresentação	Composição	Tempo	
			Trabalho	Presença
Bifix Temp® (VOCO - Porto Alegre, RS, Brasil)	Seringa com pontas automistura.	Compósito de polimerização dual	1min e 30s	4min
Provitemp® (Biodinâmica - Ibiporã, PR, Brasil)	Seringa com pontas automistura.	Acrilatos, dimetacrilatos, dióxido de silício e catalisadores	10s	1 a 2min
Dycal® (Dentsply Ltda - Petrópolis, RJ, Brasil)	Pasta base e pasta catalisador	Ester glicol salicilato, fosfato de cálcio, tungstato de cálcio, óxido de zinco, etiltolueno sulfnamida, hidróxido de cálcio, dióxido de titânio e estearato de zinco.	10s	2 a 3min
Life® (Keer Corporation - Orange, CA, EUA)	Pasta base e pasta catalisador	Óxido de cálcio, óxido de zinco, resina bisacrílica e trisacrílica e salicilato de metilo.	Até 6min	8min
Temp-Bond® (Keer Corporation - Orange, CA, EUA)	Pasta base e pasta catalisador	Óxido de zinco e ácidos poliorganos	1min e 30s	4min

Produto comercial	Apresentação	Composição	Tempo	
			Trabalho	Presença
Pulpo-San® (SSWhite, São Cristóvão, RJ, Brasil)	Frasco com pó e frasco com líquido	Óxido de zinco, sulfato de bário, fosfato de cálcio, acetato de zinco, essência de cravo da índia e timol	1min	5 a 8min
Provy® (Dentsply Ltda – Petrópolis, RJ, Brasil)	Pasta base e pasta catalisador	Óxido de zinco, óleo mineral, eugenol, resinas sintéticas, cera e acetato de zinco	30 s	3min
Temp Bond NE® (Keer Corporation - Orange, CA, EUA)	Pasta base e pasta catalisador	Óxido de zinco, óleo mineral, lectina, amido de milho e ácido poliorgos	1min e 30s	7min
Provisory NE® (TechNew- Rio de Janeiro, RJ, Brasil)	Pasta base e pasta catalisador	Óxido de zinco, óleo vegetal, óleo mineral, sulfato de bário BHT, resina sintética, cera e ácidos orgânicos	30s	3min
RelyX Temp NE® (3M – Sumaré, SP, Brasil)	Pasta base e pasta catalisador	Óxido de zinco, óleo de parafina, vaselina, ácido oleico, colofônia modificada, ácido nonanóico,	1min e 30s	3min

2.3 Retenção de cimentos provisórios

Moris et al. (2015) avaliaram a adaptação marginal e o efeito da espessura do filme de cimento na retenção de coroas provisórias sobre implantes cimentados com cimentos temporários. As coroas provisórias foram fabricadas com a resina acrílica Luxatemp Fluorescence e com a resina de metilmetacrilato Duralay. Para avaliação da retenção, as coroas foram cimentadas com os cimentos à base de óxido de zinco sem eugenol, Temp Bond NE® e à base de hidróxido de cálcio, Hydcal®, e submetidos a resistência à tração em uma máquina de ensaios universal. Após a limpeza, as coroas deslocadas foram cimentadas novamente e submetidas à ciclagem mecânica e a retenção foi reavaliada. Os resultados da adaptação marginal e espessura do filme de cimento foram analisados pelo teste t-Student e por um modelo linear misto. As coroas de Duralay® apresentaram maior desadaptação marginal e espessura de filme de cimento do que as de Luxatemp®. O material das provisórias não afetou a retenção das coroas, mas os agentes cimentantes sim: o hidróxido de cálcio proporcionou melhor retenção e menor

espessura de película.

Oliveira et al. (2021) compararam a resistência à tração de coroas metálicas cimentadas com cimentos provisórios. Foram preparadas pela técnica da silhueta para coroa total 24 terceiros molares hígidos, sobre os quais foram cimentadas coroas metálicas de níquel-cromo com os cimentos à base de hidróxido de cálcio Dycal® e com o cimento de óxido de zinco e eugenol, Temp Bond e de óxido de zinco sem eugenol, Temp Bond NE®. O teste de resistência à tração das coroas foi realizado com uma máquina de ensaios universal na velocidade de 0,5mm/min. Os resultados foram submetidos aos testes ANOVA e Bonferroni ($p < 0,05$). Os autores concluíram que o Dycal® e o Temp Bond NE® apresentaram melhores resultados na retenção das coroas em comparação com o Temp Bond®.

2.4 Cimentos de Óxido de zinco e eugenol

O cimento de Óxido de Zinco e Eugenol é apresentado como um sistema pó-líquido ou duas pastas. O pó contém o óxido de zinco e o líquido é o eugenol, composição química do óleo essencial do botão de cravo é constituída principalmente por eugenol, acetato de eugenol, β -cariofileno, ácido oleânico, e substâncias das classes: triterpeno, humuleno, capaeno, ceras vegetais, cetonas, resinas, taninos e esteróis (Silvestri, et al.,2010). No sistema pasta-pasta, a base contém o óxido de zinco, e o catalisador, o eugenol. A reação de presa começa quando a água na solução de eugenol hidrolisa o óxido de zinco para formar o hidróxido de zinco. O hidróxido de zinco e o eugenol sofrem quelação e solidificam. Uma grande variedade de cimentos de OZE está disponível, com resistência à compressão variando de 3 a 55 Mpa, o que torna esse cimento mais indicado para restaurações provisórias (ANUSAVICE, SHEN e RAWLS, 2013).

Cimentos de óxido de zinco e eugenol são comumente utilizados para cimentação provisória devido a sua resistência intermediária, propriedades de vedação aceitáveis e efeito sedativo na polpa (DERSLEY e MASRY, 2006). O eugenol livre residual interfere com a polimerização de resinas compostas ou cimentos resinosos; assim, vários tipos de ácidos carboxílicos tem sido usados para substituir o eugenol e produzir um material parecido com OZE. Estes produtos

são chamados de óxido de zinco sem eugenol (ANUSAVICE, SHEN e RAWLS, 2013).

Gomes et al. (2006) avaliaram por meio de revisão de literatura a importância clínica do eugenol na sua utilização como cimento de obturação endodôntica, material de obturação provisória e sua influência nas propriedades físicas e mecânicas dos materiais resinosos. Os autores concluíram, baseados em resultados controversos, que existe relativa interferência do eugenol na adesividade, quer seja por fatores químicos ou físicos. Recomendaram adequada limpeza e preparação prévia da dentina, polimento de toda a cavidade com brocas diamantadas de 25 µm de granulação, o uso de ácido fosfórico a 35%, utilização de um adesivo de 4ª geração, ou em conformidade com as indicações dos fabricantes dos materiais resinosos.

Moura, Rebelo e Pereira (2013) verificaram, por meio de uma revisão de literatura, a possível influência do eugenol contido em restaurações e cimentos temporários, no desempenho e longevidade dos procedimentos restauradores adesivos. Os autores concluíram a partir da análise dos estudos desta revisão, que, embora não haja um consenso quanto à real influência do eugenol nos procedimentos adesivos, os resultados levam a crer que os sistemas autocondicionantes sejam mais propensos a sofrer influência tanto deste quanto do próprio remanescente do cimento temporário. Portanto, o cirurgião-dentista deve efetuar uma eficiente preparação da superfície dentária antes do procedimento adesivo, bem como atentar ao tempo decorrido entre o contato travado com esse composto e o momento adequado de efetuar sua restauração final adesiva.

2.5 Óleo-resina de Copaíba

Os produtos naturais são fontes de moléculas que podem servir como anti-inflamatórios e antimicrobianos e têm sido alvo de cada vez mais estudos, visto a gama de possibilidades ainda não esclarecidas. Esse interesse concentrou a atenção em plantas ricas em compostos bioativos conhecidos devido a seu uso e resultados na medicina popular.

As plantas pertencentes ao gênero *Copaifera* L. (Leguminosae,

Caesalpiniodae) conhecidas como “copaibeira” e “pau d’óleo”, são plantas nativas das regiões tropicais da América do Sul e são encontradas abundantemente em vários estados brasileiros, como o Amazonas e Pará. O material exsudado dessas árvores, chamado óleo de copaíba, é um líquido transparente cuja cor varia do amarelo ao marrom claro e, segundo alguns autores, tem a função de proteger a planta contra infecções por microorganismos, principalmente fungos (VEIGA JR. et al., 2001). O óleo de copaíba apresenta uma ampla variedade de propriedades farmacológicas, incluindo anti-inflamatórias significativas, analgésico, antileishmanial, antimutagênico e como protetor gastrointestinal (BARDAJÍ et al., 2016).

2.6 Propriedades medicinais do Óleo de Copaíba

Costa et al. (1996) analisaram de forma comparativa as reações de tecido subcutâneo de rato, provocadas por um cimento de óxido de zinco e copaíba, usando como controle o óxido de zinco e eugenol. Foram utilizados 20 ratos (*Rattus norvegicus, albinus*, Holtzman). Os materiais em teste foram introduzidos em tubos de polietileno com 10 mm de comprimento e 1 mm de diâmetro interno em incisões realizadas nos dorsos dos animais. O cimento de óxido de zinco e copaíba (Grupo 1) era composto de 1 gota de óleo de copaíba (0,03 mL) e 30 mg de óxido de zinco e o óxido de zinco e a pasta de eugenol (Grupo 2), seguiu a mesma proporção e tempo de espatulação realizados para o material do Grupo 1. A análise dos resultados obtidos no presente trabalho permitiu determinar que o cimento de óxido de zinco e copaíba promoveu menor ação irritante sobre o tecido conjuntivo subcutâneo do rato, quando comparado com o óxido de zinco e eugenol.

Vasconcelos et al. (2008) formularam um cimento odontológico à base de óleo-resina de *Copaifera multijuga* Hayne, avaliando sua atividade antibacteriana frente a cepas de *Streptococcus mutans* e *Streptococcus sanguinis*, visando sua posterior utilização para adequação do meio bucal em Odontologia. Após análise dos constituintes do óleo por espectrometria de massa foi realizada a formulação do cimento com 0,57 g de óxido de zinco (SS White®, Rio de Janeiro-RJ,Brasil), 0,18 g de hidróxido de cálcio (SS White®, Rio de Janeiro,RJ,Brasil) e 0,118 mL de óleo-resina de *Copaifera multijuga* Hayne. Após a determinação de pH, foram realizados

os testes de Concentração Inibitória Mínima com *Streptococcus mutans* e *Streptococcus sanguinis*. O óleo-resina de *Copaifera multijuga* Hayne e o cimento produzido, apresentaram atividade antibacteriana frente ao *S. mutans* e ao *S. sanguinis* no teste de diluição em meio líquido; portanto, o óleo de copaíba apresentou-se com potencial para o uso como veículo ao cimento.

Simões et al. (2016) avaliaram a atividade antibacteriana *in vitro* de um gel de óleo de copaíba (*Copaifera multijuga*) contra cepas de *Streptococcus sp.* presentes no biofilme dental. O óleo de copaíba usado teve os componentes identificados e as emulsões oleosas foram formuladas e usadas com o método de difusão em *Brain Heart Infusion Ágar* com cepas de *Streptococcus mitis*, *Streptococcus constellatus* e *Streptococcus salivarius* isoladas de pacientes, bem como *S. mitis*, *S. mutans*, *S. sanguinis* e *S. oralis*. Os grupos de estudo foram: gel de óleo de copaíba experimental, gel de clorexidina a 1% (controle positivo) e gel de base (controle negativo). As placas semeadas foram incubadas a 37 ° C por 12, 24 e 48 horas, respectivamente. Os resultados foram analisados pelos testes Shapiro-wilk, Friedman e Tukey. O estudo demonstrou a atividade antibacteriana do gel de óleo de copaíba experimental contra todas as cepas testadas de *Streptococcus sp.*, sugerindo que este produto possa ser utilizado no futuro como fonte de antimicrobianos para controle de biofilme dental.

Lucca et al. (2017) incorporaram nanoemulsões de óleo de copaíba em diferentes polímeros de hidrogel e avaliaram em permeação cutânea o seu efeito anti-inflamatório *in vivo*. O hidrogel teve suas propriedades reológicas testadas e posteriormente foi aplicado na orelha direita e na pata de ratos. Com base nos resultados, puderam concluir que o β - cariofileno foi encontrado na derme, caracterizando permeação na pele e a formulação apresentou atividade anti-inflamatória, com alta inibição do edema, semelhante ao cetoprofeno. Foi possível visualizar por cortes histológicos uma diminuição da hiperplasia da epiderme, da infiltração de células inflamatórias e vasodilatação, demonstrando a atividade anti-inflamatória da formulação.

3 OBJETIVOS

3.1 Geral

Desenvolver um agente cimentante experimental à base de resíduo e óleo essencial de copaíba e óxido de zinco e avaliar *in vitro* a retenção de coroas provisórias cimentadas com este agente.

3.2 Específicos

- a) Avaliar o tempo de trabalho, tempo de presa e o aspecto visual do cimento experimental e dos à base de óxido de zinco e eugenol.
- b) Avaliar a retenção do cimento experimental através do teste de tração e compará-lo com o cimento comercial RelyX Temp NE.

MATERIAIS E MÉTODOS

Esta pesquisa foi composta por um único estudo, dividido em duas etapas: Etapa I - Formulação de um agente cimentante à base de óxido de zinco e óleo-resina de copaíba, com características similares às dos cimentos odontológicos comerciais de manipulação pó-líquido; e, Etapa II - Ensaio experimentais de tração em coroas provisórias de resina acrílica autopolimerizável.

O desenvolvimento do produto, segundo a especificação número 30 da ANSI/ADA (2013), teve como premissa a obtenção de um cimento à base de óxido de zinco e Copaíba com as seguintes características: tempo de trabalho de 1 a 2 minutos, aspecto final pós-manipulação como mistura cremosa e homogênea de aspecto brilhante com formação de fio de cimento de 12 a 19 mm antes de quebrar quando elevada sobre a placa de vidro, tempo inicial de presa de aproximadamente 5 minutos e tempo final de presa de aproximadamente 24 horas.

A Etapa I foi realizada no Laboratório de Inovação e Desenvolvimento em Tecnologia Farmacêutica da Universidade Federal do Amazonas (LIDETEF- UFAM) enquanto a Etapa II foi realizada no Laboratório de Materiais dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas (FOP-UNICAMP).

3.3 Considerações éticas

O projeto foi submetido à avaliação do Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos da Universidade Federal do Amazonas (UFAM), obedecendo aos critérios preconizados pela Resolução Nº 466 de 12 de dezembro 2012 do Conselho Nacional de Saúde (CNS), sendo aprovado sob Parecer Nº 4.249.803 e CAAE Nº 36885820.8.0000.5020 (Apêndice A).

Para o desenvolvimento da pesquisa foram utilizados 20 terceiros molares humanos ex vivo (por não ter sido possível a obtenção de prés-molares conforme objetivo inicial informado ao CEP/UFAM), extraídos por razões ortodônticas, adquiridos por meio de biorrepositório após assinatura de um Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (TCLE) pelos pacientes doadores. Foram incluídos elementos dentários hígidos (dentes livres de cárie e/ou restaurações) e excluídos dentes que apresentarem trincas ou fraturas, inspecionados e selecionados sob luz natural.

3.4 Otimização da Formulação

Foram realizados planejamentos experimentais para a pré-formulação visando à otimização da mesma, conforme as características desejadas. ¶

O ensaio de otimização foi dividido em duas etapas: a fase pré-analítica, que apresenta significativa importância para a validade dos resultados e a fase pós-analítica, com conclusões obtidas. Abaixo indicaremos elementos primordiais da fase pré-analítica e nos resultados encontram-se dados da fase pós-analítica.

Foi utilizado como tipo do planejamento o *Initial Design - D-optimal (Design Expert)*, por se tratar de um estudo envolvendo o processo. Aplicou-se o modelo estatístico de planejamento fatorial 2^4 , duas variáveis independentes e quatro variáveis dependentes (respostas), sendo fornecidos por este algoritmo 16 corridas no total (Tabela 1). Esse conjunto de tratamentos geralmente consiste em todas as combinações possíveis de vários níveis de fatores que se deseja usar no experimento.

Tabela 1 - Dados de construção do desenho experimental

Versão	Tipo de Estudo	Modelo de Desenho	Subtipo	Corridas Experimentais	Blocos
6.0.1.1	Fatorial	2FI	Randomizado	16	Sem blocos

O planejamento fatorial completo foi aplicado à formulação para analisar o efeito da diferença de concentração das variáveis: ácido acético glacial PA (X1) e óleo essencial (X2), em respostas aumento ou diminuição dos tempos de trabalho e presa, além da solubilidade e pH. Os níveis dos fatores foram selecionados com base nos estudos pilotos realizados antes da implantação do delineamento. A Tabela 2 expressa as combinações de fatores e os níveis codificados utilizados no estudo (1 a 4 mL).

Para a formulação, foi aplicado o desenho experimental *D-Optimal* para misturas, com planejamento baseado no modelo de regressão fatorial. Para este modelo estatístico, foi considerado um planejamento com 2 variáveis independentes (ácido acético e óleo essencial) e 16 respostas. Os dados gerais do planejamento estão disponíveis nas tabelas 2 e 3 abaixo.

Tabela 2 - Componentes da mistura e codificação

Componente	Descrição	Tipo	Mínimo	Máximo
A	Óleo essencial	Categórico	1	4
B	Ácido acético glacial	Categórico	1	4
			Total =	16

Desse total de formulações geradas o algoritmo (Tabela 3) do programa escolhe o complexo ideal de execuções finais a partir de um conjunto candidato de possíveis aplicações de tratamento de design. Nenhuma das formulações foi descartada, sendo todas formuladas e testadas.

Tabela 3 - Variações de cada formulação e seus respectivos valores em relação aos fatores

Formulação	Fator 1 (mL)		Fator 2 (mL)	
	A: Ácido acético		B: Óleo essencial	
1	1	1	1	1
2	4	4	4	4
3	1	1	3	3
4	3	3	4	4
5	4	4	2	2
6	3	3	1	1
7	2	2	1	1
8	2	2	3	3
9	3	3	2	2
10	1	1	4	4
11	3	3	3	3
12	4	4	1	1
13	2	2	4	4
14	1	1	2	2
15	4	4	3	3
16	2	2	2	2

3.5 Formulação do cimento provisório à base de óxido de zinco e copaíba

4.3.1 Composição da formulação do cimento provisório

O óleo essencial de copaíba foi obtido por meio fornecedor extrativista do município de Manicoré-AM, coletado no mês de Julho de 2021 e foi filtrado/destilado no mesmo mês, na Faculdade de Ciências Farmacêuticas da UFAM.

A formulação do agente cimentante foi dividida em uma parte sólida e uma parte líquida, conforme o quadro abaixo:

Quadro 2 - Composição da formulação de cimento provisório

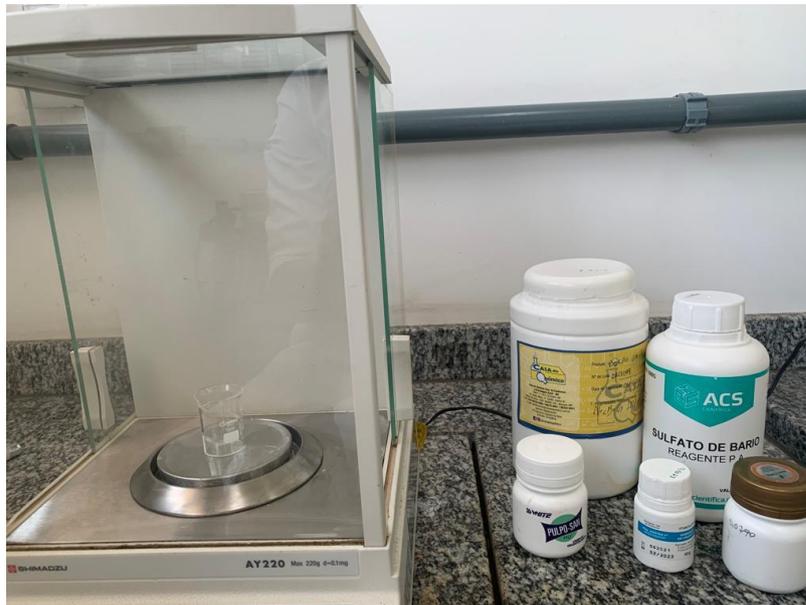
Parte 01 (Sólida)		Parte 02 (Líquida)	
Componente	Percentagem no pó	Componente	Percentagem no líquido
Hidróxido de cálcio PA (Maquira®, Maringá – PR, Brasil)	<u>27%</u>	Polietilenoglicol (Dinâmica Química Contemporânea, Indaiatuba, SP, Brasil)	<u>48,2%</u>
Sulfato de bário PA (ACS científica, Sumaré – SP, Brasil)	<u>25%</u>	Ácido acético glacial PA (Dinâmica Química Contemporânea, Indaiatuba, SP, Brasil)	<u>36,1%</u>
Breu branco colofônia (Flora essências naturais, Manaus-AM, Brasil)	<u>21%</u>	Óleo essencial de copaíba ¹	<u>12%</u>
Óxido de zinco em pó (SSWhite®, São Cristóvão, RJ, Brasil)	<u>24%</u>	Resíduo de copaíba ¹	<u>3,4%</u>
Tetraborato de sódio anidro (Casa do Químico, Manaus-AM, Brasil)	<u>3%</u>		

¹ O óleo essencial de copaíba e o resíduo de copaíba foram gentilmente cedidos, respectivamente, pelo professor Dr. Antonio Batista da Silva da Faculdade de Ciências Farmacêuticas da Universidade Federal do Amazonas e pela empresa Mattoso Extratos Naturais Ltda, sediada no município de Itacoatiara – AM.

4.3.2 Preparo e Avaliação Inicial do Cimento Provisório

Os ingredientes da Parte 1 após pesados em balança de precisão (Figura 1), foram misturados em um copo Bécker de 10 mL e transferidos para uma folha de espatulação.

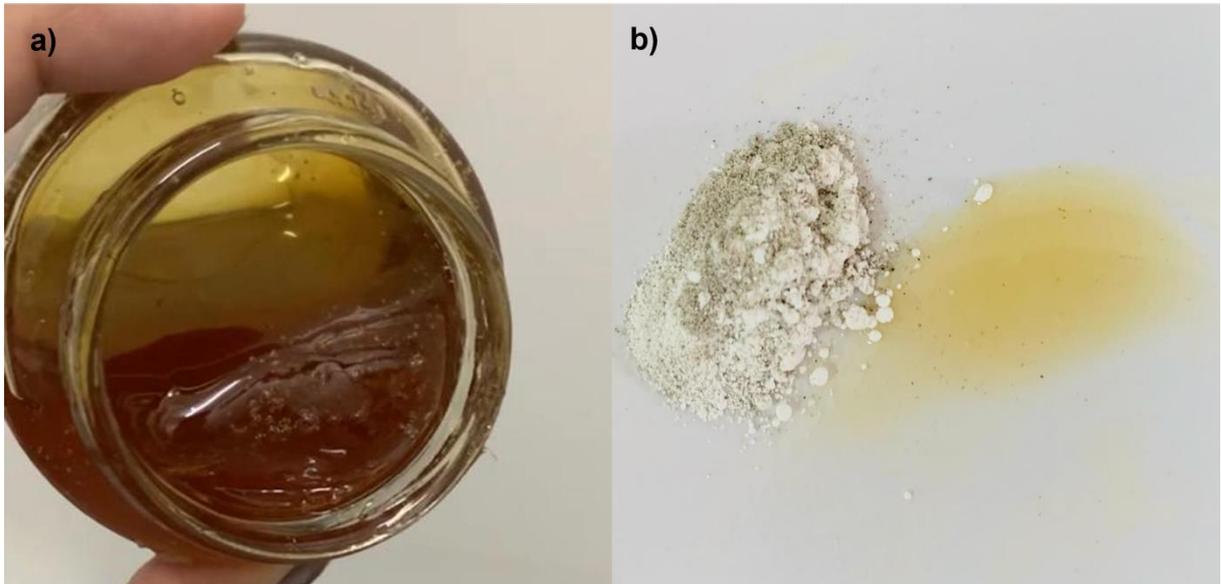
Figura 1 - Pesagem dos componentes sólidos



Em seguida, foram adicionados a resina de copaíba e o polietilenoglicol devidamente homogeneizados com os ingredientes da parte 1, utilizando uma espátula flexível N° 24 (Figura 2).

Por fim, foram adicionados o ácido acético glacial misturado ao óleo essencial e a homogeneização com a espátula foi realizada durante um 1 minuto.

Figura 2 - (a) Resíduo de copaíba; (b) Ingredientes da parte 1 e parte 2 antes da espatulação



Cada formulação foi avaliada logo após seu preparo quanto às seguintes características: Tempo de trabalho de 1 a 2 minutos, após várias tentativas realizando alteração da quantidade dos componentes, com a observação da mistura a cada 30 segundos antes do cimento iniciar o desprendimento da folha de espatulação. O aspecto final pós-manipulação, assim como especificações da ANSI/ADA número 30 (2013), foi de uma mistura cremosa e homogênea de aspecto brilhante com formação de fio de cimento de 12 a 19 mm antes de quebrar quando elevada sobre a folha de espatulação (Figura 3). Chegou-se ao tempo inicial de presa de aproximadamente 5 minutos, sendo inserida verticalmente um tubo capilar sem heparina de 1,5 mm de diâmetro a cada 60 segundos até que não houvesse mais impressões da agulha sobre a mistura e tempo final de presa de aproximadamente 24 horas, considerando a aparência do cimento como uma massa rígida e quebradiça após esse período.

Figura 3 - Aspecto do cimento após 1 minuto de manipulação



Os resultados foram avaliados estatisticamente através do teste Mann Whitney e foi construído um gráfico de *raincloud* para os dados.

3.6 Ensaio de Tração

4.4.1 Preparo dos dentes e confecção das coroas provisórias

Foram utilizados 20 (vinte) terceiros molares hígidos e sem fraturas ou trincas visíveis a olho nu extraídos por razões ortodônticas. Os dentes foram fixados em tubos de PVC de 25 mm de diâmetro por 25 mm de altura e incluídos alinhados em resina acrílica autopolimerizável incolor (Jet Set - Clássico Artigos Odontológicos – São Paulo, SP, Brasil) com o posicionamento de 3mm apicais à junção cimento-esmalte (Figura 4), conforme Correr Sobrinho et al. (2002). Os dentes incluídos eram colocados em panela de pressão a 0,6 kg/cm² para finalização da polimerização a fim de evitar expansão do acrílico (Figura 5).

Figura 4 – (a) Pesagem do acrílico em pó; e, (b) inserção da resina manipulada nos tubos PVC para inclusão dos dentes

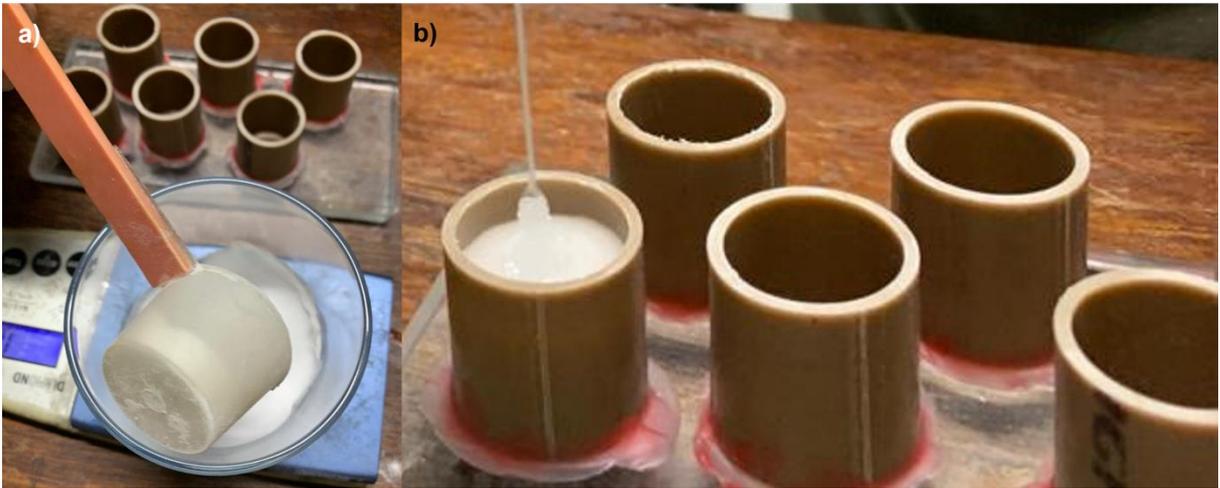
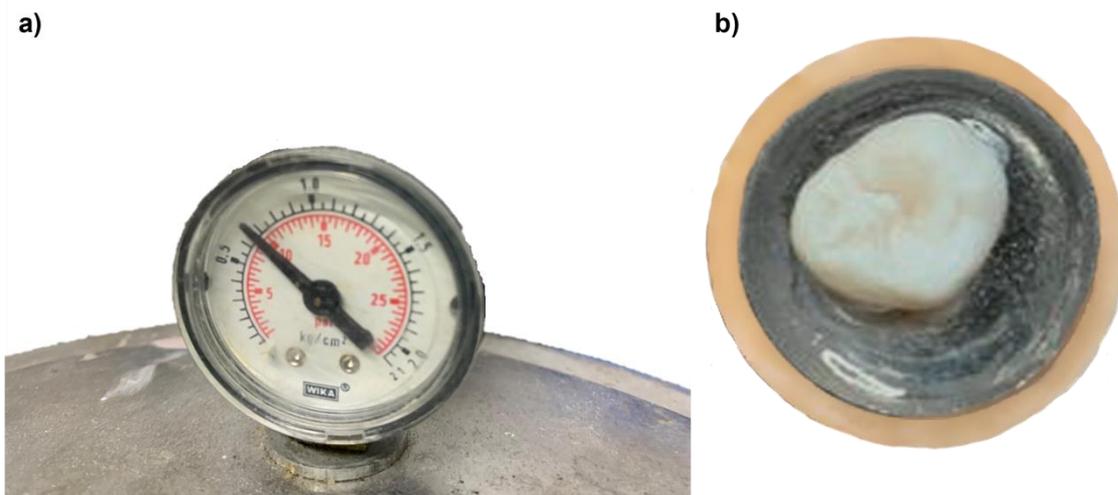


Figura 5 – (a) Medidor da pressão sob a qual os dentes foram mantidos; (b) Aspecto final do dente incluído



Os preparos para coroa total foram realizados por um único operador, utilizando um delineador (modelo Paralelômetro B2, BIO ART, São Carlos, SP, Brasil) (Figura 6) adaptado a uma caneta de alta rotação (DABI ATLANTE, Campinas, SP, Brasil) sob refrigeração. Foram utilizadas pontas diamantadas cônicas de topo arredondado FG 4138 (KG Sorensen, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), realizando desgaste de 1,8 mm e término em ombro com ângulo arredondado (Figura 7). As superfícies oclusais foram cortadas com disco diamantado dupla face total (American Burrs – Palhoça, SC, Brasil) na altura dos sulcos principais (REGO e SANTIAGO, 2004).

Figura 6 - Caneta de alta rotação posicionada no delineador



Figura 7 - Dente após o desgaste axial e com o preparo finalizado



Após preparados, os dentes foram vaselinados e envolvidos com tiras de poliéster formando um anel a 2 mm do dente. Em seguida, foi acrescentada resina bisacrílica PROTEMP (3M – Sumaré, SP, Brasil) em ua e um uma porca garra 5/16 zincada foi inserida na extremidade superior com 4 mm de profundidade na resina (Figura 8).

Figura 8 - Inserção do dispositivo metálico para adaptação da coroa na máquina de ensaios universal



4.4.2 Cimentação das coroas de resina acrílica

Antes da cimentação, todos os dentes foram limpos com escova de Robinson em contra-ângulo, com uma pasta de pedra-pomes e água, durante 30 segundos. Posteriormente, os dentes foram lavados em água corrente durante 30 segundos e secos com jatos de ar comprimido. O cimento experimental foi manipulado de acordo com os testes realizados no LIDETEF (0,3725g de pó e 8mL de líquido) e o RelyX Temp NE[®] de acordo com as especificações do fabricante (Figura 9).

Após a inserção dos cimentos no interior das coroas de resina bisacrílica, foi utilizado um cilindro pneumático (Norgren Martonair – São Paulo, SP, Brasil) com uma carga de 5 kg durante 5 minutos sobre o dispositivo metálico presente na região oclusal (Figura 10).

Figura 9 - Proporção base-catalisador do RelyX Temp NE[®] para manipulação



Figura 10 - Cimentação das coroas provisórias

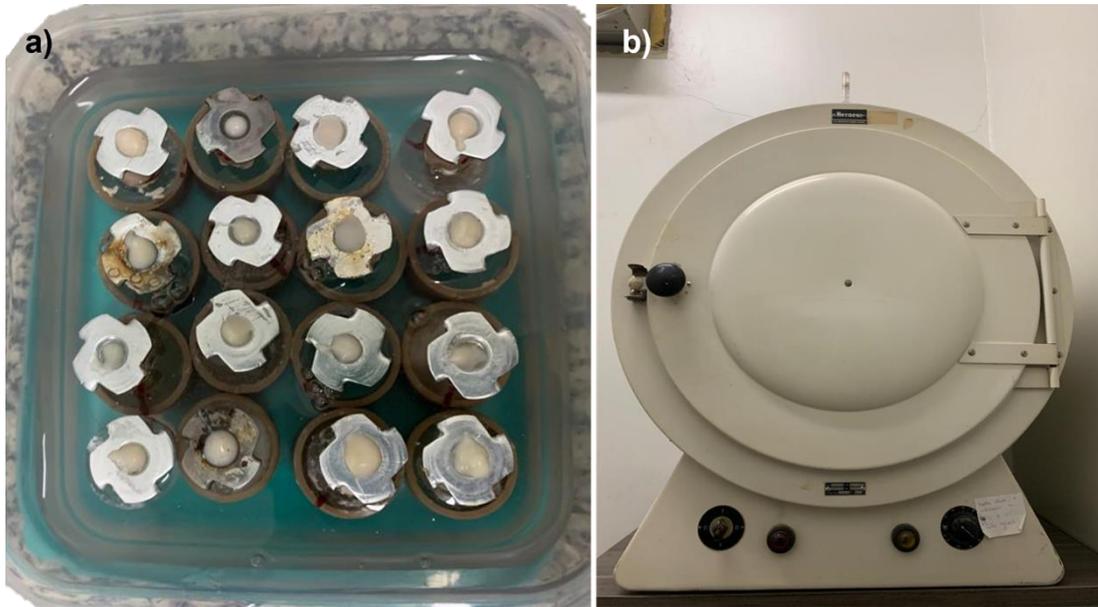
As coroas provisórias foram cimentadas de acordo com os seguintes grupos:

Quadro 3 - Descrição dos grupos para cimentação das coroas provisórias

Quantidade	Cimento	Componentes
10 dentes	RelyX Temp NE®	Óxido de zinco, óleo de parafina, vaselina, ácido oleico, pigmento vermelho, pigmento amarelo, colofônia modificada, ácido nonanóico, sílica, óleo de silicone e ácido acético.
10 dentes	Óxido de zinco e copaíba	Óxido de zinco, resíduo de copaíba, óleo essencial de copaíba, ácido acético, polietilenoglicol, breu branco, hidróxido de cálcio, sulfato de bário e tetraborato de sódio.

Os excessos de cimento foram removidos com uma sonda exploradora nº 5, e os dentes acondicionados em um recipiente plástico com saliva artificial (Bioexata, Manaus, AM, Brasil) composta de cloreto de sódio, cloreto de potássio, citrato de cálcio puro, cloreto de magnésio, benzoato de sódio e carboximetilcelulose. O recipiente foi então colocado em estufa (Heraeus - Barueri, SP, Brasil) a 37°C durante 24 horas (Figura 11).

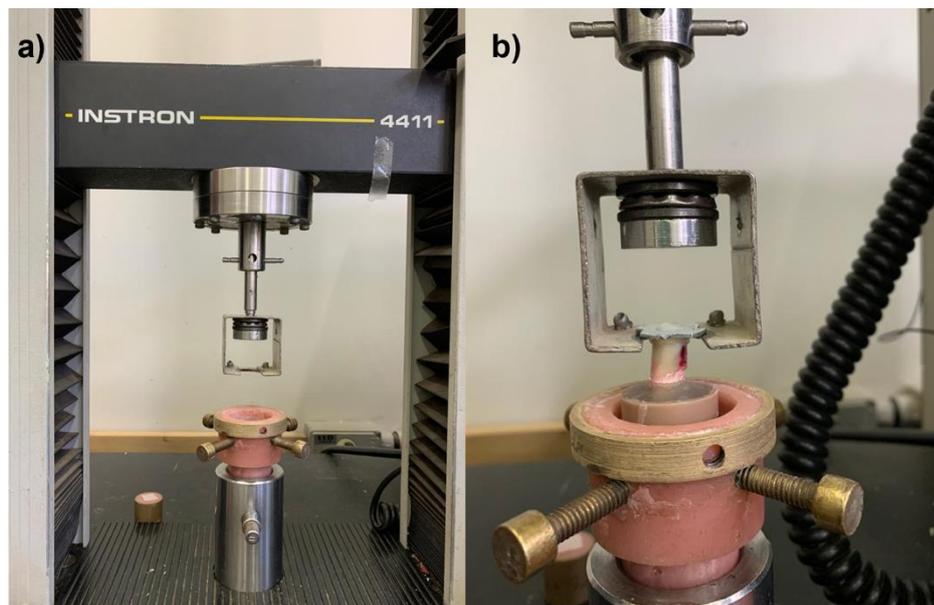
Figura 11 - (a) Dentes imersos em saliva artificial; (b) Estufa onde os dentes com as coroas cimentadas foram mantidos a temperatura de 37°C por 24h



4.4.3 Teste de tração

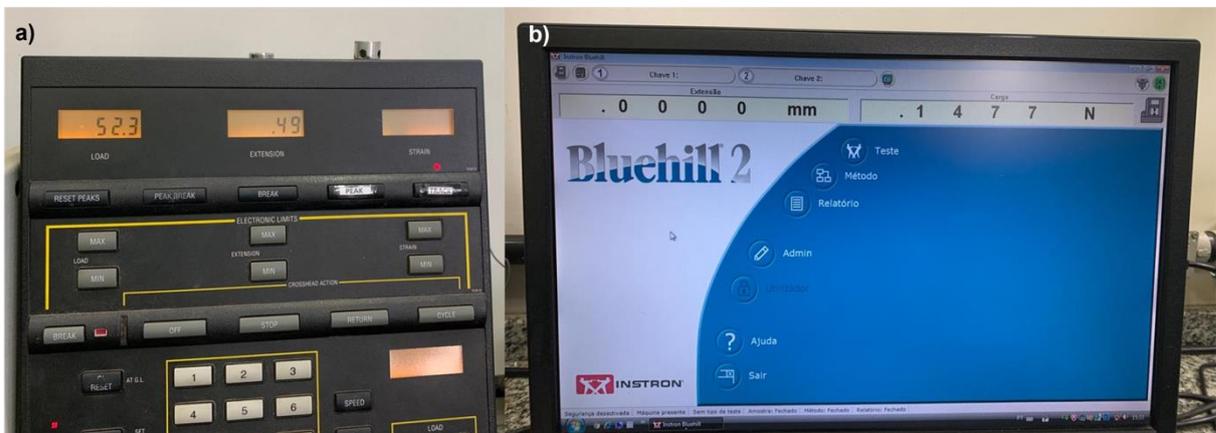
Os dentes com as coroas cimentadas, logo após serem retirados da estufa, foram secos com papel toalha e fixados na máquina de ensaios (Figura 12) Instron 4411 (Instron – Cambridge, Reino Unido) com célula de carga de 500N.

Figura 12 – (a) Célula de carga de 500N e garra posicionada na máquina de ensaios universal; (b) Dente adaptado a máquina de ensaios



Os dentes foram presos pelo PVC e o dispositivo metálico adaptado à garra ; partir daí, procedia-se ao acionamento da máquina para tracionamento das coroas e o registro da força necessária para remoção foi feito pelo software Bluehill 2 (Instron 4411, Illinois Tool Works Inc.) (Figura 13).

Figura 13 - (a) Painel operacional do equipamento indicando a força e o deslocamento realizado (visão frontal); (b) Software Bluehill 2[®]



3.7 Análise estatística

Os dados obtidos nos experimentos, durante a fase de aprimoramento da formulação, foram expressos por média e desvio padrão. O modelo proposto no *Design Experimental* com auxílio do software Statistica[®] (StatSoft). foi analisado estatisticamente pelo teste ANOVA.

Para os dados obtidos no ensaio de tração, o software estatístico utilizado foi o R na versão 4.0.2, usando o software Rstudio (RStudio, PBC), versão 1.1.4, com pacotes diversos (TIDYVERSE, GTSUMMARY, GT, sjPlot e HNP).

Foi realizada uma análise exploratória de dados para descrever em tabela as características de cada grupo. Na mesma tabela, foi verificado se havia diferença entre cada característica versus o cimento, nesse caso foi utilizado o teste de Mann Whitney, teste não paramétrico equivalente ao teste T para mostras independentes do campo paramétrico. Foi construído um gráfico de *raincloud* para os dados. Os gráficos *raincloud* permitem a visualização de dados brutos, densidade de probabilidade e estatísticas-chave de resumo, como mediana e quartis em um formato atraente e flexível com redundância mínima

4 RESULTADOS

Durante a pré-formulação do cimento foi observado que o catalisador da reação de presa era o ácido acético. Porém, somente o ácido sem nenhuma substância tampão não permitia que houvesse tempo de trabalho viável, a presa era imediata, e com isso não haveria aplicabilidade do cimento para a finalidade que o trabalho se destinava. Diante disso, após inúmeras tentativas de tamponamento do ácido com o óleo-resina de copaíba puro, não se obteve sucesso, pois esse componente inativava completamente o ácido. Em tentativas subsequentes, dessa vez com o óleo essencial de copaíba, foi possível constatar que esse componente proporcionava tamponamento eficaz do ácido, trazendo como resultado aumento do tempo de trabalho por conta dos terpenos presentes no óleo de copaíba nessa fase, que além disso, não possui os ácidos graxos em grande quantidade, como no óleo-resina puro (MONTES *et al.*, 2009).

O planejamento composto central realizado neste estudo apresentou a finalidade de prever o nível ótimo para as respostas tempo de trabalho e tempo de presa, a partir dos fatores estatisticamente significativos obtidos no fatorial fracionado. Para confrontar com os resultados anteriores deixamos a Análise do Planejamento Fatorial para o fim dos resultados, assim apontamos na prática dados que corroboraram. As formulações preparadas no planejamento experimental proposto e os resultados referentes às respostas avaliadas estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Respostas em relação ao ácido - óleo essencial com os tempos de trabalho e presa

Corrida	Fator 1 (mL)	Fator 2 (mL)	Tempo de Trabalho (min)	Tempo de Presa (min)
	A Ácido acético	B Óleo essencial		
1	1	1	0,25	1,00
2	4	4	0,50	2,00
3	1	3	1,80	6,00
4	3	4	1,00	8,00
5	4	2	1,00	5,00
6	3	1	<u>1,37</u>	<u>5,00</u>
7	2	1	2,73	8,00
8	2	3	1,25	3,00
9	3	2	0,40	2,00
10	1	4	4,00	9,00
11	3	3	0,10	0,80

12	4	1	0,00	0,15
13	2	4	1,17	5,00
14	1	2	7,00	15,00
15	4	3	0,00	0,15
16	2	2	0,50	2,00

Como proporção final de ácido acético e óleo essencial, foi selecionada a corrida de número 6, por ter apresentado os tempos de trabalho e presa mais próximos aos do objetivo do projeto.

4.1 Análise da influência do ácido acético e do óleo essencial no tempo de presa do cimento

A tabela 5 apresenta os efeitos estimados, com 95% de nível de confiança, obtidos para cada resposta (Tempo de trabalho). Valores que o programa identificou como significantes estão na coloração avermelhada.

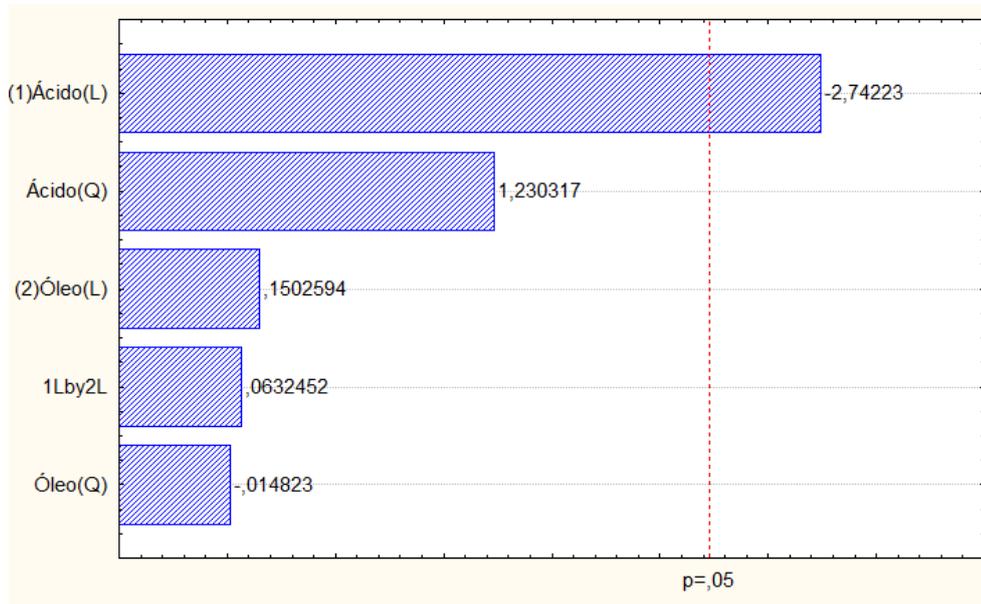
Tabela 5 - Efeitos estimados da resposta Tempo de Trabalho do planejamento composto central

Fator	Efeito	p
Significância	72,687	0,187539
(1) % Ácido (L)	-186,150	0,020753
Ácido (Q)	140,063	0,246734
(2) % Óleo (L)	10,200	0,883547
% Óleo (Q)	-1,687	0,988465
1L por 2L	5,760	0,950818

Os dados na tabela 4 foram inseridos no programa, que por sua vez gerou gráficos mostrando a influencia dos fatores avaliados nas formulações.

A representação gráfica em 3D do modelo quadrático é mostrada na figuras 15 e 17, proposto respectivamente para todas as duas respostas avaliadas em função dos fatores %Óleo e %Ácido. Já a Representação gráfica em 2D do modelo quadrático pode ser visualizada nas figuras 14 e 16 abaixo.

Figura 14 - Gráfico de Pareto para efeitos das variáveis independentes (% Óleo e % Ácido) sobre variável dependente Tempo de Trabalho

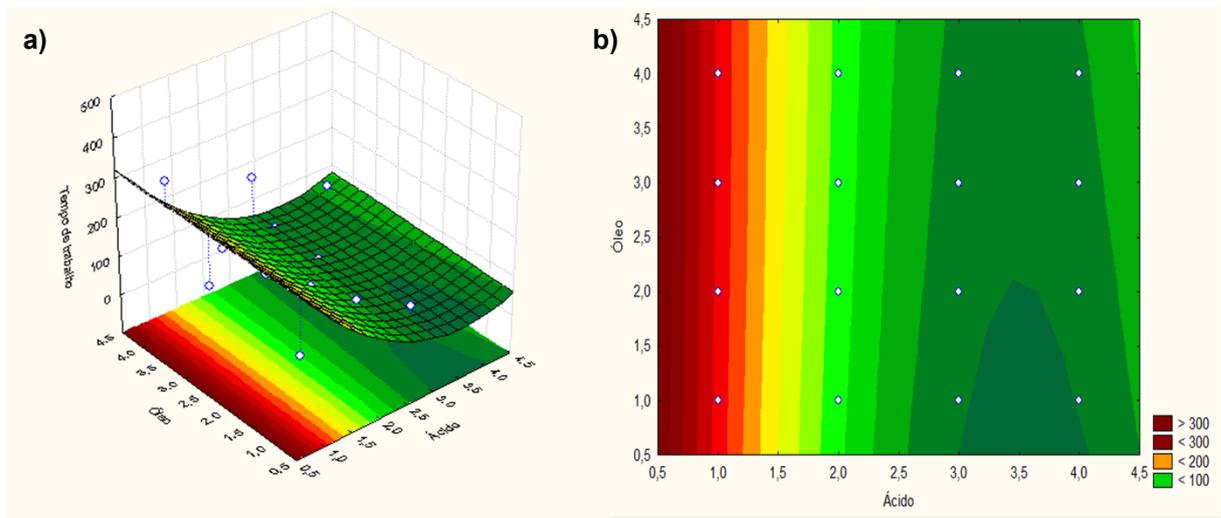


No gráfico de Pareto as barras que cruzam a linha de referência são estatisticamente significativas: Quanto maior a barra, mais significativo será o fator com relação a variável resposta, ou seja, mais impactante será o fator no resultado final do processo. Nesse caso o valor da barra está negativo, mostrando que o aumento da quantidade de ácido reflete negativamente no tempo de trabalho.

Na figura 15, o formato do gráfico é parabólico por se tratar de uma função quadrática analisada dentro do programa. Para os aspectos analisados, os valores contidos na área em verde apresentam bons resultados, amarelo razoáveis e os vermelhos, indesejados. A área verde escura representa a situação ideal de tempo de trabalho que foi pré-determinada nos objetivos.

Figura 15 - (a) Representação gráfica (X=%Óleo versus Y=%Ácido) em 3D do modelo quadrático proposto para resposta Tempo de Trabalho; (b) Representação gráfica

(X=%Óleo versus Y=%Ácido) em 2D do modelo quadrático proposto para resposta Tempo de Trabalho.



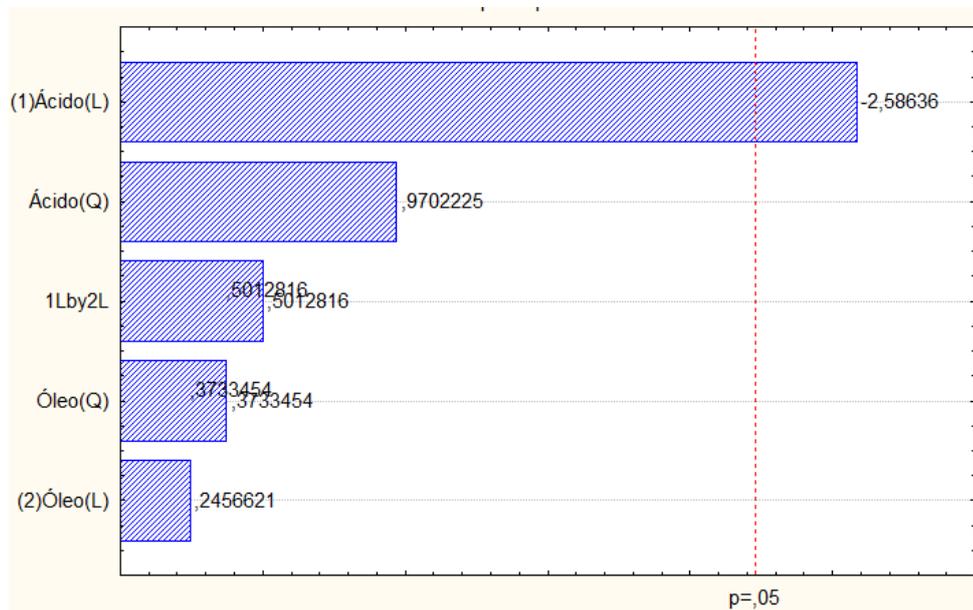
A tabela 6 apresenta os efeitos estimados, com 95% de nível de confiança, obtidos para resposta (Tempo de trabalho e Tempo de presa). Valores que o programa identificou como significantes estão na coloração avermelhada.

Tabela 6 - Efeitos estimados da resposta Tempo de Trabalho do planejamento

Fator	Efeito	p
Significância	221,34	0,064926
(1) % Ácido (L)	-364,800	0,027119
Ácido (Q)	229,500	0,354817
(2) % Óleo (L)	34,650	0,810912
% Óleo (Q)	88,312	0,716684
1L por 2L	94,860	0,627023

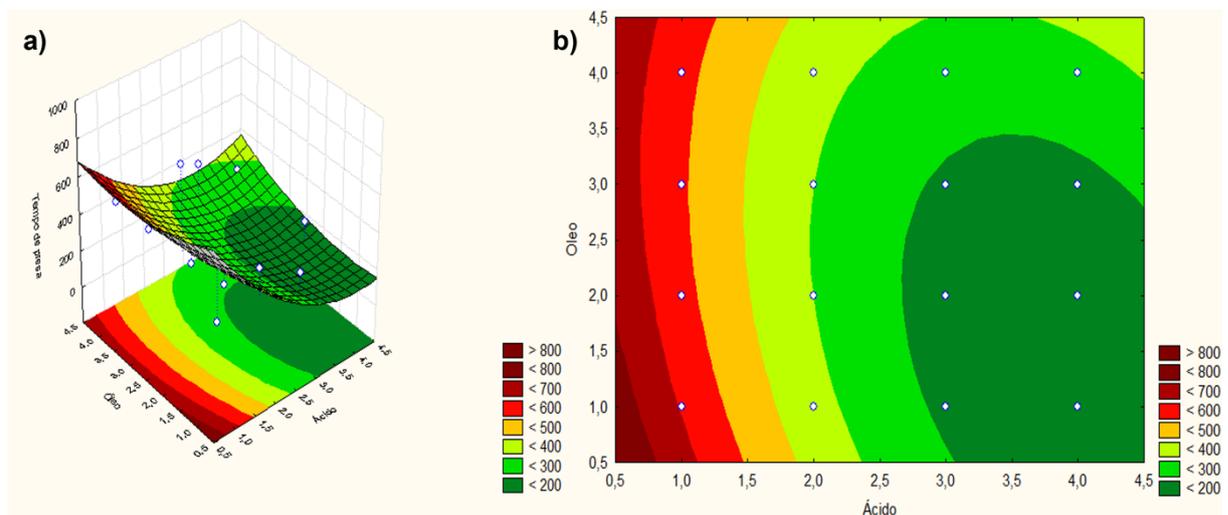
A figura 16 mostra o gráfico pareto representando a influência das variáveis no tempo de presa do cimento, onde pode se observar que o valor da barra está negativo, mostrando que o aumento da quantidade de ácido reflete negativamente no tempo de presa.

Figura 16 - Gráfico de Pareto para efeitos das variáveis independentes (% Óleo e % Ácido) sobre variável dependente Tempo de Presa



E a figura 17 ilustra o gráfico de superfície de resposta da relação do ácido e óleo essencial no tempo de presa. A área em verde mais escuro representa a confluência das quantidades apropriadas das variáveis com o tempo proposto nos objetivos do projeto.

Figura 17 - (a) Representação gráfica (X=%Óleo versus Y=%Ácido) em 3D do modelo quadrático proposto para resposta Tempo de Presa; (b) Representação gráfica (X=%Óleo versus Y=%Ácido) em 2D do modelo quadrático proposto para resposta Tempo de Presa



4.2 Testes de Tração

Posteriormente à finalização dos testes de tração, os valores foram tabulados e estão disponíveis na tabela 7.

Tabela 7 - Valores da carga necessária, em Newtons (N), para a remoção das coroas registrada pela máquina de ensaios

Número da amostra	Cimento de copaíba	RelyX Temp NE®
1	55,25	18,43
2	91,60	25,25
3	45,93	19,42
4	38,98	18,27
5	57,15	16,38
6	32,66	32,35
7	33,64	32,42
8	69,29	18,83
9	33,62	13,60
10	30,59	20,52

Os maiores valores obtidos com as amostras cimentadas com o cimento de óxido de zinco e copaíba: 91,6 N (Figura 18) e 69,29 N (Figura 19).

Figura 18 - Carga (N) x Extensão (mm) durante o teste de remoção da coroa de número 2 cimentada com cimento de óxido de zinco e copaíba.

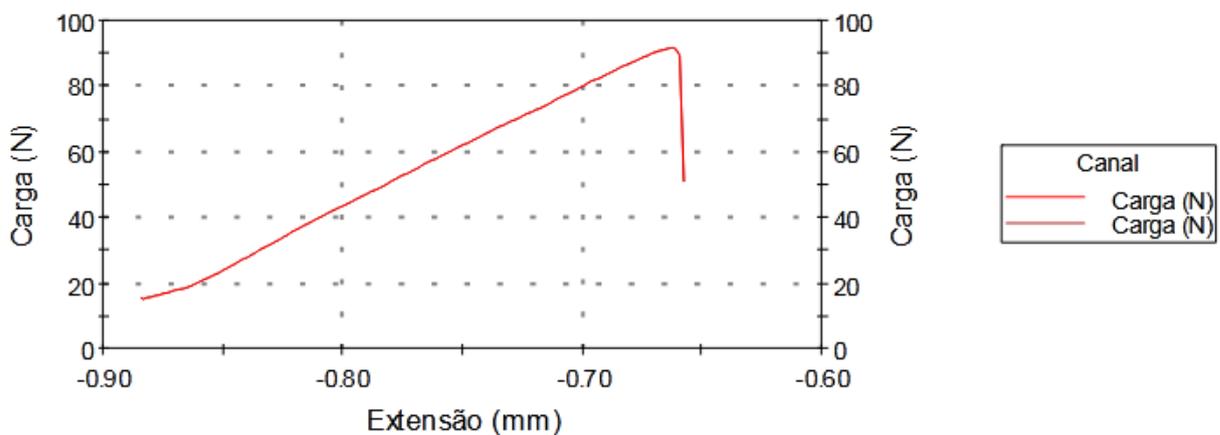
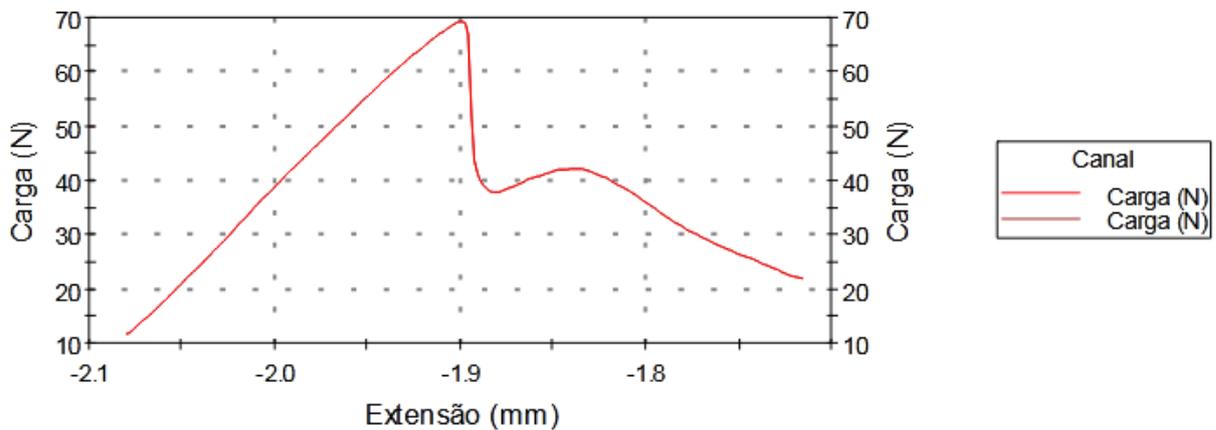


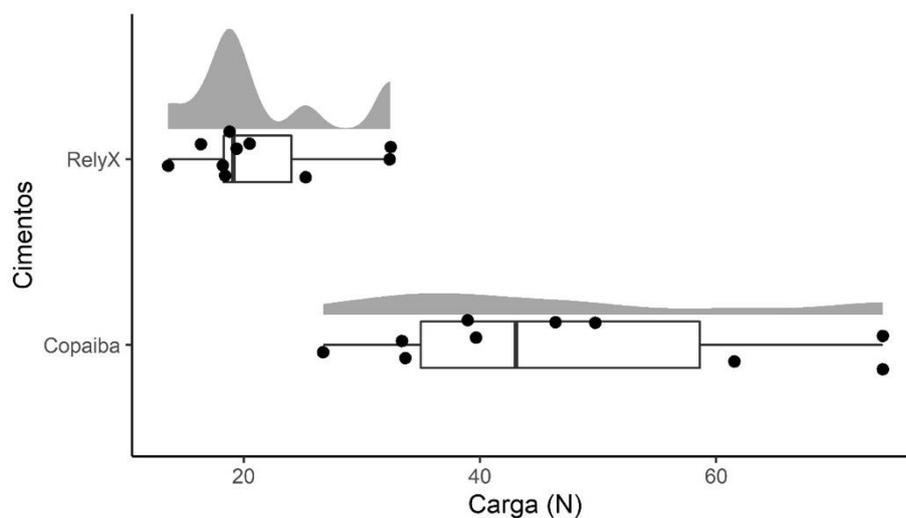
Figura 19 - Carga (N) x Extensão (mm) durante o teste de remoção da coroa de número 8 cimentada com cimento de óxido de zinco e copaíba



4.3 Análise Estatística dos resultados dos testes de tração

Os valores de carga no cimento RelyX Temp NE[®] são mais baixos do que no cimento de Copaíba, que por sua vez apresenta valores mais dispersos, mas com maior frequência dos valores acima do máximo observado no cimento RelyX TEMP NE[®], conforme pode ser observado na figura 20.

Figura 20 - Comparação dos valores de tração do cimento de óxido de copaíba e RelyX TEMP NE[®]



De acordo com os resultados da figura acima fica claro que a normalidade não foi verificada nos dados, portanto foi utilizado o teste não paramétrico de teste de Mann Whitney para amostras independentes.

Tabela 8 - Descrição das variáveis utilizada no experimento dos cimentos

Número da amostra	Cimento à base de Copaíba, N = 10 ¹	RelyX, N = 10 ¹	p-valor ²
Carga (N)	48 ± 17 43 (35 - 58,6)	22 ± 6 19,1 (18,3 - 24,1)	<0.001

¹ Média ± (Desvio Padrão); Mediana (Q1 - Q3)

² Teste de Mann Whitney.

Os dados amostrais indicam que há evidência que o cimento à base de copaíba difere significativamente do outro cimento. O cimento de copaíba apresenta maiores valores de tendência central (média e mediana) do que o outro cimento.

5 DISCUSSÃO

O sucesso do tratamento utilizando coroas dentárias depende de um cimento com compatibilidade biológica e propriedades mecânicas compatíveis com a função em boca. O uso popular dos cimentos a base de óxido de zinco e eugenol para cimentação temporária, apesar de promover retenção adequada para essa finalidade, traz consigo a busca por alternativas para substituição do eugenol dessas formulações devido aos efeitos citotóxicos e neurotóxicos desse composto, quando em altas concentrações (GARRIDO et al., 2004). Nesse sentido, a fitoterapia apresenta vastas possibilidades de estudos, incluindo a utilização de copaíba para a produção de novos materiais dentários.

No que tange ao uso da copaíba na odontologia, Bardají et al. (2016) observaram que o óleo-resina de copaíba exibiu atividade antimicrobiana contra patógenos causadores de cárie e doenças periodontais. Da mesma forma, Simões et al. (2016) concluíram que o óleo resina de copaíba em uma preparação em gel possui a capacidade de impedir a proliferação de patógenos orais. E de acordo com Vasconcellos et al. (2008), em um cimento odontológico composto de óleo-resina de copaíba, óxido de zinco e hidróxido de cálcio, devido a seu alto PH e as características antimicrobianas do óleo-resina, apresentaram inibição do crescimento de patógenos orais.

Para formulação do agente cimentante experimental, além do óleo-resina de copaíba como substituto do eugenol, escolhido para compor o cimento pelas razões acima citadas, os componentes em pó foram adicionados devido a suas características químicas após a reação com a copaíba. De acordo com Garrido et al. (2010), ocorre uma reação ácido-base entre os componentes ácidos do óleo de copaíba e os componentes alcalinos como hidróxido de cálcio e óxido de zinco para formar um cimento. Um cimento endodôntico experimental composto de óxido de zinco, hidróxido de cálcio, subcarbonato de bismuto, breu branco, bórax e óleo resina de copaíba apresentou propriedades físico-químicas satisfatórias nos testes requeridos pela ADA. Andrade et al. (2018) relataram que a adição de nanopartículas de óxido de zinco e terpenos demonstraram efeito antibacteriano e aumento da resistência a tração diametral quando adicionado ao Temp Bond NE®, e no cimento formulado há óxido de zinco e os terpenos presentes no óleo-resina de copaíba, sendo

assim, a combinação de óxido de zinco e copaíba para utilização na odontologia é viável e promissora.

Apesar das indústrias terem conseguido substituir o eugenol de alguns cimentos temporários à base de óxido de zinco com boas características mecânicas (GALAZI *et al.*, 2015), seu preço elevado quando comparado aos demais cimentos disponíveis ainda tem sido um fato que não passa despercebido. Sendo assim, além de ter sido encontrada uma formulação de um cimento que agrega as propriedades farmacológicas da copaíba e a retenção em coroas provisórias ter sido superior ao cimento comercial testado, o custo bruto por uso na cimentação de uma coroa, baseado no custo da produção do cimento experimental, chega a ser 101% menor do que o do Relyx TEMP NE[®], o que é vantajoso ao dentista e ao paciente, por se tratar de um produto eficaz, com preço reduzido.

O óxido de zinco, que corresponde a 24% da porção em pó do cimento, na formulação serviu para favorecer o escoamento. O hidróxido de cálcio, correspondente a 27%, foi útil pela biocompatibilidade e alcalinidade. O breu branco, uma resina hidrogenada (21% do pó) agiu na aceleração do tempo de presa. O sulfato de bário (25% do pó) auxiliou na manutenção da estabilidade dimensional e o tetraborato de sódio (3% da parte sólida do cimento) auxiliou a desintegração do óxido de zinco (GARRIDO *et al.*, 2010).

Entretanto, apenas esses componentes, quando misturados segundo as proporções da patente do cimento endodôntico à base de copaíba, não tomaram presa. No cimento formulado, foi necessária a adição de ácido acético, que possui pH mais baixo que o do resíduo de copaíba, em solução com o óleo essencial de copaíba, como catalisador da reação, por aumentar a dissociação dos reagentes, assim como nas formulações comerciais de cimentos base de óxido de zinco e eugenol (ANUSAVICE, SHEN e RAWLS, 2013). O polietilenoglicol foi utilizado para favorecer a homogeneização do resíduo de copaíba.

Os parâmetros relativos às condições das variáveis independentes, ácido acético e óleo essencial foram definidos por meio de ensaios realizados na segunda etapa desse estudo, com base em um design experimental, considerando as variáveis dependentes como respostas (3mL de ácido acético e 1mL de óleo essencial). O Design Experimental é um conjunto de ferramentas estatísticas que inclui projetos de triagem e projetos de otimização (FUKUDA *et al.*, 2018). É também conhecido como “Design de Experimentos” (DoE).

Por conta das análises na fase pré-formulação indicando a participação ativa do ácido acético como catalisador da reação de presa e o óleo essencial de copaíba como tampão desse ácido orgânico, esses elementos foram eleitos como variáveis que influenciavam diretamente no tempo de trabalho e de presa da formulação do cimento, e por conta disso, participaram do DoE.

Com as 16 corridas sugeridas pelo programa foi possível testar a variação desses componentes em mL até que fosse encontrado o tempo de presa e trabalho preconizados: Tempo de trabalho de 1 a 2 minutos, aspecto final pós-manipulação como mistura cremosa e homogênea de aspecto brilhante com formação de fio de cimento de 12 a 19 mm antes de quebrar quando elevada sobre a placa de vidro, tempo inicial de presa de aproximadamente 5 minutos e tempo final de presa de aproximadamente 24 horas (ANUSAVICE, SHEN e RAWLS, 2013).

Segundo a especificação da ANSI/ ADA número 30 (2013), os cimentos à base de óxido de zinco devem possuir pós finos com partículas de tamanho similar e serem submetidos a testes de espessura de película e de solubilidade. Todavia, nesse estudo não foram realizados os referidos ensaios por não ter sido possível a homogeneização das partículas do breu branco, ficando esse componente de tamanho superior ao restante da porção em pó, o que geraria um contato prematuro quando submetido à interposição das placas de vidro e papel celofane geralmente utilizados em testes de espessura de película, causando uma leitura incorreta do desempenho da formulação como um todo, metodologia utilizada nos testes de espessura de película. Da mesma forma, haveria uma interpretação equivocada em um teste de solubilidade, pois as partículas não reagidas poderiam solubilizar antes do resto do cimento.

Os resultados do presente estudo demonstraram que o cimento de óxido de zinco e copaíba apresentou resistência à tração significativamente maior quando comparado ao cimento temporário Relyx Temp NE[®]. Uma das possíveis causas é a intensa atração das partículas formadas após a hidrólise dos componentes sólidos em pH ácido dos componentes líquidos e a interação do cimento com as microporosidades internas da coroa provisória, entretanto essa hipótese precisa ser confirmada com análises químicas futuras. Os valores da retenção encontrados para esse cimento comercial se assemelham a de outros cimentos a base de óxido de zinco sem eugenol (REGO *et al.*, 2004; LEWINSTEIN *et al.*, 2007), entretanto, os do cimento

experimental encontram-se mais próximos aos do policarboxilato de zinco, um material usado para cimentação definitiva (SEGALLA *et al.*, 1994; ANUSAVICE *et al.*, 2013).

No teste de tração estática, realizado em uma máquina de ensaios universal, é observada a separação da coroa provisória do dente. Entretanto, para resultados precisos e confiáveis, são necessárias várias amostras (LAWSON *et al.*, 2007). Nesse estudo, foram utilizadas 20 coroas cimentadas durante 24 horas com o cimento desenvolvido. Apesar de ser um bom método para avaliar a retenção de cimentos odontológicos, apenas 24h após a cimentação é tempo insuficiente para mostrar as falhas de cimentação em períodos mais longos, simulando com mais proximidade o que ocorre da cavidade oral (OLIVEIRA *et al.*, 2021).

Estudos anteriores demonstraram efetividade na metodologia depois da cimentação, sendo as amostras colocadas em temperatura controlada de 37 °C durante 24 horas e depois submetidas a teste de resistência à tração em uma máquina de ensaios universal (FERNANDES *et al.*, 2007; MORIS *et al.*, 2015) assim como foi realizado com o cimento formulado.

Por se tratar de ensaios utilizando dentes humanos, de pacientes com idades próximas e do mesmo grupo ~~da mesma numeração~~, todos eles possuem dimensões e superfície dentinária diferentes após o preparo (SHIROMA *et al.*, 2010), e apesar de ter-se buscado rigor na padronização das amostras, houve variação nos valores encontrados nos testes de resistência a tração; devido à maior área de contato do cimento experimental em um dente mais volumoso, sempre se encontrava maior dificuldade para remoção das coroas. Dessa forma, tal qual observado nesse estudo, outros autores comprovaram que fatores como o diâmetro, conicidade e altura dos preparos causam discrepâncias nos resultados de testes de desempenho da retenção de cimentos (LOPES *et al.*, 2018; SHEKAR *et al.*, 2010; NAGASAWA *et al.*, 2014; MORIS *et al.*, 2015).

Houve grande variação dos valores encontrados nas amostras cimentadas com óxido de zinco e óleo de copaíba. Um dos motivos foi devido a falta de homogeneidade das partículas da parte 1 na qual o breu branco ficou mais evidente. No lugar de cada partícula de breu, o assentamento da peça protética se dava de forma irregular, tocava primeiro no breu e não no resto do cimento homogeneizado, diferente do cimento comercial, que seguiu um padrão maior. Ainda assim, devido ao desempenho mecânico encontrado com a utilização do cimento experimental de copaíba para uso

em coroas provisórias, substituindo-se o eugenol, por óleo-resina de copaíba, um agente com maior biocompatibilidade, sua aplicabilidade *in vivo* deve ser confirmada por uma sequência de novos ensaios, assim como indica a ADA. Dessa maneira, essa pesquisa é ponto de partida para uma sequência de novos trabalhos buscando por fim a utilização clínica desse cimento.

6 CONCLUSÃO

Considerando as limitações do estudo, foi possível concluir que:

- i. É possível a formulação e utilização de um cimento à base de óxido de zinco e óleo de copaíba para cimentação de coroas provisórias.
- ii. O cimento de copaíba apresentou melhor resistência à tração quando comparado ao RelyX TEMP NE®.
- iii. Comparando-se com o RelyX TEMP NE®, o custo para uso do cimento experimental na cimentação de uma coroa foi consideravelmente inferior, o que é de grande importância do ponto de vista comercial.
- iv. São necessários testes complementares de controle de qualidade para a formulação desenvolvida, assim como testes de escoamento, espessura de película, solubilidade e desintegração, estabilidade dimensional resistência a compressão e histocompatibilidade para que sejam satisfeitos os requisitos da ANSI/ADA número 30 (2013) sobre cimentos de óxido de zinco.

REFERÊNCIAS

- ALABDULKADER, M. A.; HABIB, S. R. **Effect of cement application techniques on the adaptation and retention of provisional crowns.** Technology and Health Care, v. 26, n. 6, p. 1-11, 2018.
- ANDRADE V, MARTÍNEZ A, ROJAS N, BELLO-TOLEDO H, FLORES P, SÁNCHEZ-SANHUEZA G, CATALÁN A. **Antibacterial activity against Streptococcus mutans and diametrical tensile strength of an interim cement modified with zinc oxide nanoparticles and terpenes: An in vitro study.** J Prosthet Dent. May;119(5):862.e1-862, 2018.
- ALMEIDA, F.R.; BARBOSA, S.V. **Avaliação do pH, tempo de presa e atividade antimicrobiana do óleo de copaíba, associado a pós de cimentos odontológicos.** 93f. Dissertação (Mestrado em Ciência da Saúde), Faculdade de Ciência da Saúde, Universidade de Brasília, Brasília. 1998.
- ANUSIVACE K.J.; SHEN,C.; RAWLS,H.R. **Cimentos dentários.** Em: Philips Materiais dentários. Rio de Janeiro: Elsevier, 12, Ed.,p.331. 2013.
- ARORA, S. J.; ARORA, A.; UPADHYAYA, V.; JAIN, S. **Comparative evaluation of marginal leakage of provisional crowns cemented with different temporary luting cements: In vitro study.** The Journal of Indian Prosthodontic Society, 16; p. 42-48. 2016.
- BANDEIRA, M.F.C.L.; FREITAS, A.L.; MENEZES, M. S. C.; SILVA, J.S. SOMBRA,G.A.D.; ARAUJO, E.A.M.; TODA, C.; MORESCHI, A.R.C.; CONDE, N.C.O. **Adhesive resistance of a copaíba oil-based dentin biomodifer.** Braz. Oral Res.;34; p. 1-10. 2020.
- BANDEIRA, M.F.C.L.; OLIVEIRA, M. R.B.; PIZZOLITA, A. C., BENNATTI-NETO,C.; JORGE-NETO, J. **Estudo farmacológico preliminar de *Copaifera multijuga* (óleo de copaíba).** JBC, v. 3, n.16, p. 39-41. 1999.
- BARBOSA, P.C.S.; WIEDEMANN, L.S.M.; MEDEIROS, R.Q., SAMPAIO, P.T.B., VIEIRA, G.; VEIGA-JUNIOR, V.F. **Phytochemical Fingerprints of Copaiba Oils (*Copaifera multijuga* Hayne) determined by Multivariate Analysis.** CHEMISTRY &

BIODIVERSITY – Vol. 10, 1350-1360. 2013.

BARDAJÍ, D.K.R.; SILVA, J.J.M.; BIANCHI, T.C.; EUGÊNIA,D.S.;OLIVEIRA, P.F.;LEANDRO, L.F.; ROGEZ, H.L.G.; VENEZIANI, R.C.S.; AMBRÓSIO, S.R.; TAVARES, D.C.; BASTOS, J.K.; MARTINS, C.H.G. *Copaifera reticulata oleoresin: Chemical characterization and antibacterial properties against oral pathogens*. Anaerobe, n. 40, p. 18-27. 2016.

CARDOSO, T.W.; SATO,T.P; RODE,K.M.; BORGES,A.L.S.; RODE,S.M. **Comparação da exotermia de resinas durante a restauração provisória direta**. Rev Odontol UNESP, São Paulo, 48. 2019.

CORRER SOBRINHO, L., CORRER, G. M., CONSANI, S., SINHORETI, M. A. C., & CONSANI, R. L. X. **Influência do tempo pós-fixação na resistência ao cisalhamento de bráquetes colados com diferentes materiais**. Pesquisa Odontológica Brasileira, 16, 43-49. 2002.

COSTA, C.A.S.; HEBLING, J.; RABELLO, F.; VILLALBA, H. **Estudo Preliminar da compatibilidade biológica dos cimentos de Óxido de zinco e copaíba e Óxido de zinco e eugenol**. Avaliação histológica de implantes subcutâneos em ratos. Rev. Odontol. UNESP, São Paulo, 25(1): p.19-26. 1996.

DERSLEY, G.; MASRI, R. **A technique to recement provisional crowns by reactivating residual zinc oxide–eugenol cement**. The Journal of Prosthetic Dentistry; 95:397-8. 2006.

DIAS, D. O.; COLOMBO, M.C.; KELMANN, R.G.; KAISER,S.; LUCCA, L.G.;LIMBERGER,R.P., TEIXEIRA, H.F.;VEIGA-JUNIOR, V.F.; KOESTER, L.S. **Optimization of Copaiba oil-based nanoemulsions obtained by different preparation methods**. Industrial Crops and Products, p.154–162. 2014.

FERNANDES, P.F.S.; VIDE, P.A.F.B.; ALMEIDA, T.C.; AMARAL, T.D.; SILVA, C.L.;FERNANDES, J.C.A.S. **Retenção de Cimentos Provisórios em Dentes Naturais para Próteses Fixas Unitárias**. Rev. Port. Estomatol. Cir. Maxilofac. 48:215-219. 2007.

FUKUDA, I.M.; PINTO,C.F.F.; MOREIRA,C.S.; SAVIANO, A.M.; LOURENÇO, F.R.

Design of Experiments (DoE) applied to Pharmaceutical and Analytical Quality by Design (QbD). Braz. J. Pharm. Sci. 54, p.1-16. 2018.

GALAZI, D.R.; BRIANEZZI, L.F.; GÓES, A.R.C.G.; MONDELLI, R.F.L.; ISHIKIRIAMA, A.; ISHIKIRIAMA, S.K. **Influence of temporary cement in the tensile strength of full crowns cemented with resin cement.** Brazilian Dental Science 18(3), p.52-58.2015.

GARRIDO, A.D.B.; LIA, R.C.C.; FRANÇA, S.C., DA SILVA, J.F., ASTOLFI-FILHO, S., SOUSA-NETO, M.D. **Composição de obturação endodôntico, método para preparação de cimento endodôntico e uso da composição.** Pedido de patente PI0.402262-9. Instituto Nacional da Propriedade Industrial; p.1-54. 2004.

GARRIDO, A.D.B.; LIA, R.C.C.; FRANÇA, S.C., DA SILVA, J.F., ASTOLFI-FILHO, S., SOUSA-NETO, M.D. **Laboratory evaluation of the physicochemical properties of a new root canal sealer based on *Copaifera multijuga* oil-resin.** International Endodontic Journal, 43, 283–291. 2010.

GOMES, A.L., GOMES, P.S, SAMPAIO-FERNANDES, J.C., LEAL, C., PINHO, A. **Materiais de Resina e Superfícies Contaminadas com Eugenol.** Rev Port Estomatol Cir Maxilofac;47:p.107-115. 2006.

KEYS, W.F.; KEIRBY, N.; RICKETS, D. **Provisional Restorations – A Permanent Problem?** Dental Update, 43: p.908-914. 2016

LAWSON, N.C.; BURGESS, J.O.; MERCANTE, D. **Crown retention and flexural strength of eight provisional cements.** The Journal of Prosthetic Dentistry; 98 (6): p. 455-460.2007.

LEWINSTEIN, I.; CHWEIDAN, H.; MATALON, S.; PILO, R. **Retention and marginal leakage of provisional crowns cemented with provisional cements enriched with chlorhexidine diacetate.** The Journal of Prosthetic Dentistry;98(5): p. 374-377.2007.

LOPES, A.C.O.; MACHADO, C.M.; BONJARDIM, L.R.; BERGAMO, E.T.P.; RAMALHO, I.S.R.; WITEK, L.; COELHO, P.G.; BONFANTE, E.A. **The effect of CAD/CAM Crown Material And Cement Type on Retention to Implant Abutments.** Journal of Prosthodontics: p. 1-5.2018.

LUCCA, L. G.; MATOS, S. P.; KREUTZ, T.; TEIXEIRA, H. F.; VEIGA JUNIOR, V. F. Jr.; ARAÚJO, B. V.; LIMBERGER, R. P.; KOESTER, L. S. **Anti-inflammatory Effect from a Hydrogel Containing Nanoemulsified Copaiba oil (*Copaifera multijuga* Hayne)**. American Association of Pharmaceutical Scientists - AAPS PharmSciTech: p. 1-9. 2017.

MILLSTEIN, P.L.; HAZAN, E.; NATHANSON, D. **Effect of aging on temporary cement retention *in vitro***. J Prosthet Dent. 65:p.768-71. 1991.

MONTES, L.V.; BROSEGHINI, L.P.; ANDREATTA, F.S.; SANT'ANNA, M.E.S.; NEVES, V.M.; SILVA, A.G. **Evidências para o uso do óleo de copaíba na cicatrização de ferida – uma revisão sistemática**. Natureza online 7(2):61-67.2009.

MORIS, I.C.M.; OLIVEIRA, J.E.; FARIA,A.C.L.F.; RIBEIRO, R.F.; RODRIGUES, R.C.S.R. **In vitro cementation resistance of provisional crowns for single implant-Supported Restorations**. Brazilian Dental Journal 26(5): p.468-473. 2015.

MOURA, I.R.; RABELO, T.B.; PEREIRA, K.F. **A influência do eugenol nos procedimentos adesivos**. Rev. Bras. Odontol., Rio de Janeiro, v. 70, n. 1, p. 28-32. 2013.

NAGASAWA, Y.; HIBINO, Y.; NAKAJIMA, H. **Retention of crowns cemented on implants abutments with temporary cements**. Dental Materials Journal, 33(6): p. 835-844. 2014.

NEPPELEMBROEK, K.H.; LOPES, J.F.S; SILVA, R.H.B.T.; SEGALLA, J.C.M. **A importância das próteses provisórias**. Revista Gaúcha de Odontologia, 51 (1): Jan-Fev-Mar, 50-53. 2003.

OLIVEIRA, J.A.; OLIVEIRA,L.P.; BARRETO, J.R.P.; QUEIROGA, S.S.M. **Resistência a tração de coroas metálicas cimentadas com cimentos provisórios**. Rev Odontol Bras Central; 30(89):141-153.2021.

PEGORARO, L. F.; VALLE, A. L.; ARAÚJO, C. R. P.; BONFANTE, G. **Prótese fixa: bases para o planejamento em reabilitação oral.** 2ª ed. São Paulo: Artes Médicas, 488 p. 2013

PEIXOTO, R.F.; AGUIAR, C.R.; JACOB, E.S.; MACEDO, A.P.; MATTOS, M.G.C.; ANTUNES, R.P.A. **Influence of Temporary Cements on the Bond Strength of Self-Adhesive Cement to the Metal Coronal Substrate.** Brazilian Dental Journal. 26(6): 637-64. 2015.

PIERI, F. A.; MUSSI, M. C. M.; FIORINI, J. E.; MOREIRA, M. A. .; SCHNEEDORF, J.M. **Bacteriostatic Effect of Copaiba Oil (*Copaifera officinalis*) against *Streptococcus mutans*.** Braz Dent J 23(1) 36-38. 2012.

QUEIROZ, A.C.S; GOMES,R.L.; RODRIGUES, G.M.F.; FIGUEIREDO, V.M.G. **Provisórios em prótese fixa: revisão integrativa da literatura e técnicas para confecção.** J Dent Public Health, 12(1);48-60.2021.

REGO, M. R. M.; SANTIAGO, L.C. **Retention Of Provisional Crowns Cemented With Eight Temporary Cements.** Comparative Study. J Appl Oral Sci. 12(3): 209-12. 2004.

SEGALLA, J.C.M.; BUSSADORI, C.M.C.; FARIA, I.R.; FONTANA, R.H.B.T.S.; GUIMARÃES, N.C. **Resistência de união de alguns cimentos odontológicos usados para cimentação de peças metálicas de NiCr ao dente.** Rev. Odontol. UNESP, 23(1).1994.

SHEKAR, C.S.; GIRIDHAR,K.;SUHAS, R.K. **An *in vitro* study to evaluate the retention of complete crowns prepared with five different tapers and luted with two different ciments.** Journal Indian Prosthodont Soc.; n 10, p.89-95. 2010.

SHIROMA, E.; CARVALHO, A.L.; PIZANI, A.M.A.; REGO,M.A.;SARACENI, C.H.C.; QUEIROZ, C.S. **Diagnóstico de cárie oclusal in vitro com laser fluorescente em dentes humanos submetidos a desmineralização e remineralização.** Rev. Odontol. Bras. Central, 19(490); p.138-141.2010.

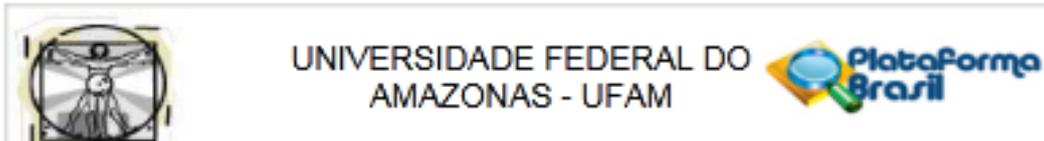
SILVESTRI,J.D.F.; PAROUL,N.; CZYEWski,E.;LERIN,L.; ROTAVA,I.; CANSIANT,R.L.;MOSSI, A.; TONIAZZO, G.; OIVEIRA,D. TREICHEL, H. **Perfil da**

composição química e atividades antibacteriana e antioxidante do óleo essencial do cravo-da-índia (*Eugenia caryophyllata Thunb.*). Rev. Ceres, Viçosa, v. 57, n.5, p. 589-594, set/out, 2010.

SIMÕES, C.A.C.G.; CONDE, N. C. O.; Venâncio, G. N.; Milério, P. S.L.L.; BANDEIRA, M. F. C. L.; VEIGA JUNIOR, V. F. **Antibacterial Activity of Copaiba Oil Gel on Dental Biofilm.** The Open Dentistry Journal, 10, (Suppl-1, M6) 188-195. 2016.

VASCONCELOS, K.R.F.; VEIGA JUNIOR, V.F.; ROCHA; W.C., BANDEIRA, M.F.C. L. **Avaliação *in vitro* da atividade antibacteriana de um cimento odontológico à base de óleo-resina de *Copaifera multijuga* Hayne.** Revista Brasileira de Farmacognosia: 18 (Supl.);, Dez. 733-738. 2008.

VEIGA-JR V.F, ZUNINO,L, CALIXTO,J.B.; PATITUCCI,M.L.;PINTO,A.C., **Phytochemical and Antioedematogenic Studies of Commercial Copaiba Oils Available in Brazil.** Phytother. Res. 15, 476–480.2001.



Continuação do Parecer: 4.242.833

autopolimerizável com princípios mecânicos padronizados, cimentadas com os cimentos temporários Pulp-San®, Provisory®, Cimento de Hidróxido de Cálcio Life® e o cimento a base de óxido de zinco e Copaliba em dentes humanos

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

1. Riscos

1.1. Riscos segundo a Pesquisadora:

Pode haver quebra de confidencialidade do doador do elemento dentário. A equipe de pesquisa se certificará de que não haja vazamento de qualquer identificação dos pacientes, todos serão codificados.

1.2. Avaliação dos Riscos: Adequados. Os Riscos estão em concordância com a Res.466/12.

2. Benefícios

2.1. Benefícios segundo a pesquisadora:

Esse trabalho pode evidenciar que o cimento temporário à base de óxido de zinco e óleo de Copaliba possui características de retenção superiores ao cimento de óxido de zinco e eugenol.

2.2. Avaliação dos benefícios: Adequados. Estão em concordância com a Res.466/12.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

A pesquisa tem relevância clínica e acadêmica. O Currículo Lattes mostra que a equipe de pesquisa tem experiência no tema proposto.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

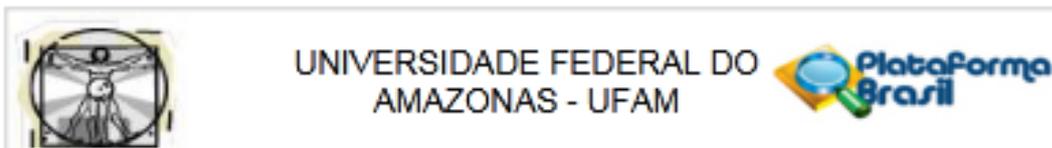
Folha de Rosto está Adequada. A folha de rosto encontra-se assinada e carimbada pela coordenadora do PPGO/UFAM Profa. Maria Augusta Bessa Rebelo.

TCLE está adequado. O TCLE encontra-se em concordância com a Res. 466/12 e RESOLUÇÃO CNS Nº 441, DE 12 DE MAIO DE 2011.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

O Estudo em tela está em conformidade com a Res. 466/12 e RESOLUÇÃO CNS Nº 441, DE 12 DE MAIO DE 2011 e tem como parecer APROVADO.

Endereço: Rua Tereza, 495
 Bairro: Adenópolis UF: AM Município: MANAUS
 CEP: 69.057-070
 Telefone: (92)3305-1151 e-mail: cep.ufam@gmail.com



Continuação do Parecer: 4.249.003

Considerações Finais a critério do CEP:

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_P ROJETO_1599209.pdf	11/08/2020 17:05:27		Acelto
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	projeto.pdf	11/08/2020 17:04:15	CASSIA CUNHA DE LIMA	Acelto
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	tclepremolar.pdf	11/08/2020 17:03:29	CASSIA CUNHA DE LIMA	Acelto
Cronograma	cronograma.pdf	11/08/2020 17:02:30	CASSIA CUNHA DE LIMA	Acelto
Folha de Rosto	Cassia_Carina_Assinada.pdf	11/08/2020 14:37:23	CASSIA CUNHA DE LIMA	Acelto

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

MANAUS, 31 de Agosto de 2020

Assinado por:
Eliana Maria Perreira da Fonseca
(Coordenador(a))

Endereço: Rua Teresina, 495
Bairro: Adnanópolis CEP: 69.037-010
UF: AM Município: MANAUS
Telefone: (92)3305-1151 E-mail: cep.ufam@gmail.com