

**KARINA FELIX SANTOS**

**Efeito do método/tecnologia de mistura nas propriedades mecânicas,  
físico-químicas, adesivas e na economia de um cimento resinoso dual  
autoadesivo e autocondicionante**

São Paulo  
2022



**KARINA FELIX SANTOS**

**Efeito do método/tecnologia de mistura nas propriedades mecânicas,  
físico-químicas, adesivas e na economia de um cimento resinoso dual  
autoadesivo e autocondicionante**

**Versão Corrigida**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia para obter o título de Mestre em Ciências.

Área de concentração: Biomateriais

Orientador: Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar

São Paulo

2022

Catálogo da Publicação  
Serviço de Documentação Odontológica  
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

---

Santos, Karina Felix.

Efeito do método/tecnologia de mistura nas propriedades mecânicas, físico-químicas, adesivas e na economia de um cimento resinoso dual autoadesivo e autocondicionante / Karina Felix Santos; orientador Paulo Francisco Cesar. -- São Paulo, 2022.

127 p.: fig., tab.; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de concentração: Biomateriais. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida.

1. Cimentos de resina. 2. Resistência à flexão. 3. Dureza. 4. Materiais dentários. 5. Cerâmica. 6. Dentina. 7. Solubilidade. I. Cesar, Paulo Francisco. II. Título.

Santos KF. Efeito do método/tecnologia de mistura nas propriedades mecânicas, físico-químicas, adesivas e na economia de um cimento resinoso dual autoadesivo e autocondicionante. Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Aprovado em: 02/02/2023

### **Banca Examinadora**

Prof. Dr. **Roberto Ruggiero Braga**

Instituição: **Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo – FOUSP**

Julgamento: **Aprovada**

Prof. Dr. **Erick de Lima**

Instituição: **Externo**

Julgamento: **Aprovada**

Profa. Dra. **Carla Castiglia Gonzaga**

Instituição: **Universidade Positivo**

Julgamento: **Aprovada**



*Dedico esta conquista a todos que de alguma forma fizeram parte dessa trajetória.*

*A Deus, por sempre guiar meu caminho, trazer paz e sabedoria nos momentos de aflição, permitir que eu conseguisse realizar tudo o que sonhei.*

*À toda minha família, em especial, Maria do Carmo, Anibal, Gal, Renato, Eduardo Marcia e Kenny, agradeço por todo apoio, incentivo, amor, compreensão e por nunca me deixarem desistir em nenhuma etapa, mesmo nos momentos mais tempestuosos. Foi (é) um caminho longo e difícil, sem vocês eu não teria chegado a lugar nenhum. Obrigada por tanto! Minha maior alegria e honra é ter vocês na minha vida.*





## AGRADECIMENTOS

Ao **Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar**, obrigada por me aceitar como parte do grupo de pesquisa e me orientar desde 2015. Já são mais de seis anos trabalhando juntos e nesse tempo todo, não teve um dia em que não aprendi algo com o senhor. Obrigada por todas as oportunidades, pelo incentivo, paciência e por me ajudar tanto no meu crescimento como profissional e como pessoa.

Ao meu primeiro orientador e amigo **Erick de lima**, obrigada por ter me recebido tão bem no departamento, por ter me ensinado tanto e sempre estar ali quando precisei!

Às minhas melhores amigas **Leticia Souza e Letícia Nunes**, obrigada por tudo! Vocês são minhas irmãs de alma! Obrigada por sempre me ouvirem, por cada conselho e por torcerem tanto por mim. Mesmo com toda a distância nossa amizade nunca mudou.

Aos amigos de pós-graduação **Kelli Nunes Monteiro, Stephanie Soares Favero, Lidia Luri Arashiro, Handially Vilela, Marina Chiari, Mylenna Régis, Isabela Vardasca**, obrigada por todas as conversas, risadas e ajuda.

Aos colegas de grupo de pesquisa, **Renan Vinícius Granzotto, Bruno Azevedo e Raul Silva**, agradeço a ajuda e colaboração para o desenvolvimento deste projeto.

Aos Professores do Departamento de Biologia Oral e Biomateriais Dentários da FOU SP, **Alyne Simões Gonçalves, Carlos Eduardo Francci, Fernando Neves Nogueira, Igor Studart Medeiros, Josete Barbosa Cruz Meira, Leonardo Elloy Rodrigues Filho, Paulo Eduardo Capel Cardoso, Rafael Yagüe Ballester, Roberto Ruggiero Braga e Victor Elias Arana-Chavez**, obrigada por todos os ensinamentos.

Ao **Antônio Carlos Lascala**, obrigada por toda a ajuda, paciência, ensinamentos e risadas ao longo desses anos. Esse trabalho jamais se concretizaria sem você!

Aos funcionários do Departamento de Biomateriais Dentários, **Rosa Cristina Nogueira e Elidamar Bastos**, agradeço por toda orientação e suporte nesse período.

Às minhas grandes amigas **Carolina de Picolli Acosta, Caroline Twiaschor, Mariana Oliveira Bessler, Tamires Floriano e Bruna Mori**, obrigada por sempre estarem ao meu lado me apoiando, pelas risadas e puxões de orelha.

À querida **Glauci**, obrigada por me receber, ajudar e ensinar corrigir minha dissertação com tanto carinho com tanto carinho.

À minha rede de apoio, **Gabriel Contrera Sansoni e Auxiliadora Rocha**. Obrigada por cuidarem tão bem minha saúde por tantos anos.

Agradeço à CAPES pelo financiamento dessa pesquisa. Este trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

*“Só nos tornamos adultos quando perdemos o medo de errar.  
Não somos apenas a soma das nossas escolhas,  
mas também das nossas renúncias.  
Crescer é tomar decisões e depois conviver em paz com a dúvida.  
Adolescentes prorrogam suas escolhas porque querem ter certeza  
absoluta— errar lhes parece a morte. Adultos sabem que nunca terão  
certeza absoluta de nada e sabem também que só a morte física é  
definitiva. Já “morreram” diante de fracassos e frustrações, e voltaram  
pra vida. Ao entender que é normal morrer várias vezes numa única  
existência, perdemos o medo – e finalmente crescemos”.*

*Martha Medeiros*



## RESUMO

Santos KF. Efeito do método/tecnologia de mistura nas propriedades mecânicas, físico-químicas, adesivas e na economia de um cimento resinoso dual autoadesivo e autocondicionante [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2022. Versão Corrigida.

**Capítulo I – Objetivo:** avaliar a influência de diferentes métodos/tecnologias de mistura (M/T) na: (1) Resistência à flexão biaxial (RFB); (2) Microdureza Knoop (MK); (3) grau de conversão (GC); (4) pH; (5) sorção (SO); (6) solubilidade (SL); (7) economia de material (EM) e (8) porosidade (PO) de um cimento resinoso (CR).

**Materiais e Métodos:** a partir do CR (seT PP), 6 grupos experimentais (GP) foram criados usando os seguintes M/T: PH, automistura/ponta misturadora helicoidal; PT-MC, automistura/ponta misturadora tecnologia T-Mixer; PT-MIO, automistura/ponta misturadora tecnologia T-Mixer associada a uma ponta intraoral plástica (PIO); PT-AF, automistura/ponta misturadora T-Mixer associada a uma ponta intraoral metálica; PH-MIO, automistura/ponta misturadora helicoidal associada à PIO; e f) Manual, mistura manual/bloco de espatulação. Discos foram confeccionados para cada teste a ser realizado: RFB (12x1 mm, n=30); MK (n=10); GC (7x1 mm, n=3); SO e SL (5x1 mm, n=6); e pH (6x2 mm, n=6); para a PO, películas de 10x25 mm x 100 µm foram confeccionados. Para EM, as tecnologias foram pesadas antes e após a sua utilização. Os dados obtidos da RFB, MK, GC e pH foram analisados por ANOVA 2 fatores; a EM, SO e SL analisadas por Kruskal-Wallis; com Teste Tukey (alfa=5%).

**Resultados:** com exceção da RFB, o M/T afetou todas as demais propriedades avaliadas. Entretanto, o M/T afetou apenas o GC imediato e teve efeito apenas sobre os grupos PH e PT-AF no caso da EM. O tempo foi um fator significativo na avaliação das propriedades RFB, MK, GC e pH. **Conclusão:** o MT pode afetar a MK, GC inicial, pH, EM e SO e SL no caso específico do CM seT PP, já a RFB não é afetada pelo M/T. O M/T parece afetar o tamanho e distribuição da PO. **Capítulo II – Objetivo:** avaliar a influência do M/T na resistência de união à dentina (RUD) e à zircônia (RUZ).

**Materiais e Métodos:** foram reproduzidos os mesmos materiais/ GP utilizados no capítulo I. 120 blocos de 3Y-TZP (6 x 6 x 3 mm) e de dentina (4 mm de espessura) foram produzidos e tiveram 4 cilindros (0,76 x 0,5 mm) de CR manipulado de acordo

com cada M/T aderidos. O teste de microcisalhamento foi realizado após 24 horas e 1 mês de armazenamento. Os padrões de fratura obtidos foram analisados/classificados. Os dados obtidos da RUD e RUZ foram analisados por ANOVA 2 fatores com Teste Tukey (alfa=5%). **Resultados:** Para RUD após 24 horas, não houve diferença estatística, contudo, após 1 mês de armazenamento: Manual=PH-MIO=PT-AF=PT-MC=PT-MIO<PH. Para o RUZ, após 24 horas: PT-MIO=PH-MIO=Manual=PH=PT-MC<PT; após 1 mês de armazenamento: Manual>PH=PT-MIO=PT-AF=PH-MIO=PT-MC. A maior porcentagem de falha para ambos os substratos foi do tipo adesiva e mista. **Conclusão:** o M/T afetou a RUD e RUZ no caso do CR seT PP e o fator tempo teve influência significativa nas médias.

Palavras-Chave: Cimentos de resina, Resistência à Flexão, Dureza, Materiais Dentários, Cerâmica, Dentina, Solubilidade

## ABSTRACT

Santos KF. Effect of mixing method/technology on mechanical, physical-chemical, adhesive properties, and economy of a dual self-adhesive and self-etching resin cement [dissertation]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2022. Versão Corrigida.

**Chapter I – Purpose:** to evaluate the influence of different mixing methods/technologies (M/T) on: (1) Biaxial flexural strength (BFS); (2) Knoop microhardness (KM); (3) degree of conversion (DC); (4) pH; (5) sorption (SO); (6) solubility (SL); (7) material economy (ME) and (8) porosity (PO) of a resin cement (RC).

**Materials and Methods:** from the RC (seT PP), 6 experimental groups (EG) were created using the following M/T: PH, self-mixing/helical mixing tip; PT-MC, self-mixing/mixing tip T-Mixer technology; PT-MIO, self-mixing/mixing tip T-Mixer technology associated with a plastic intraoral tip (IOT); PT-AF, self-mixing/T-Mixer mixing tip associated with a metallic intraoral tip; PH-MIO, self-mixing/helical mixing tip associated with IOT; and f) Manual, manual mixing/mixing block. Discs were made for each test to be performed: BFS (12x1 mm, n=30); KM (n=10); DC (7x1 mm, n=3); SO and SL (5x1 mm, n=6); pH (6x2 mm, n=6); and for PO, 10x25 mm x 100 µm films were made. For ME, technologies were weighed before and after use. Data obtained from BFS, KM, DC and pH were analyzed by 2-way ANOVA; EM, SO and SL analyzed by Kruskal-Wallis; with Tukey Test (alpha=5%). **Results:** Except for BFS, M/T affected all other evaluated properties. However, M/T affected only the immediate DC and had an effect only on the PH and PT-AF groups in the case of ME. Time was a significant factor in the evaluation of BFS, KM, DC and pH properties. **Conclusion:** M/T can affect KM, initial DC, pH, ME and SO and SL in the specific case of RC seT PP, since BFS is not affected by M/T. M/T seems to affect PO size and distribution. **Chapter II - Purpose:** to evaluate the influence of M/T on bond strength to dentin (BSD) and zirconia (BSZ). **Materials and Methods:** The same materials/EG used in Chapter I were reproduced. 120 blocks of 3Y-TZP (6 x 6 x 3 mm) and dentin (4 mm thick) were produced and had 4 cylinders (0.76 x 0.5 mm) adhered of RC manipulated according to M/T. The microshear test was performed after 24 hours and 1 month of storage. The obtained fracture patterns were analyzed/classified. Data obtained from BSD and BSZ were analyzed by 2-way ANOVA with Tukey Test (alpha=5%). **Results:** For BSD after 24 hours, there was no statistical difference, however, after 1 month of storage:

Manual=PH-MIO=PT-AF=PT-MC=PT-MIO<PH. For BSZ, after 24 hours: PT-MIO=PH-MIO=Manual=PH=PT-MC<PT; after 1 month of storage: Manual>PH=PT-MIO=PT-AF=PH-MIO=PT-MC. The highest percentage of failure for both substrates was the adhesive and mixed type. **Conclusion:** M/T affected BSD and BSZ in the case of RC seT PP and the time factor had a significant influence on the averages.

Keywords: Resin Cement, Flexural Strength, Hardness, Dental Materials, Dentin, Solubility



## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

et al.	e outros/ outras
UDMA	dimetacrilato de uretano
10-MDP	10-Metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato
PVC	policloreto de vinila
ISO	International Standard Organization
RFB	Resistência à flexão Biaxial
MK	Microdureza Knoop
GC	Grau de Conversão
<i>CAD-CAM</i>	Computer Aided Design - Computer Aided Machining



## LISTA DE SÍMBOLOS

MPa	mega Pascal
GPa	giga Pascal
mm	milímetro
mW/cm <sup>2</sup>	miliwatts por centímetro quadrado
µm	micrômetros
cm	centímetros
ml	milímetros
°C	graus Celsius
g	gramas
µg/mm <sup>3</sup>	micrograma por milímetro cúbico
MPa.m <sup>1/2</sup>	mega Pascal vezes a raiz quadrada do metro



## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	22
1.1	CIMENTOS RESINOSOS.....	22
1.2	CIMENTOS RESINOSOS AUTOADESIVOS.....	23
1.3	DISPOSITIVOS DE AUTOMISTURA.....	25
1.4	DENTINA .....	30
1.5	ZIRCÔNIA.....	32
<b>2</b>	<b>EFEITO DO MÉTODO/TECNOLOGIA DE MISTURA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS, FÍSICO-QUÍMICAS E NA ECONOMIA DE UM CIMENTO RESINOSO DUAL AUTOADESIVO E AUTOCONDICIONANTE</b> .....	34
	<b>RESUMO</b> .....	35
2.1	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	36
<b>2.2</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	39
2.2.1	MATERIAIS UTILIZADOS.....	39
2.2.2	MÉTODOS.....	41
2.2.2.1	Resistência à flexão e Microdureza Knoop .....	41
2.2.2.2	Grau de conversão.....	44
2.2.2.3	pH .....	45
2.2.2.4	Sorção e solubilidade.....	45
2.2.2.5	Economia de Material .....	46
2.2.2.6	Análise da porosidade.....	47
2.2.2.7	Análise estatística .....	48
<b>2.3</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	48
2.3.1	RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL (RFB).....	48
2.3.2	MICRODUREZA KNOOP (MK).....	51
2.3.3	GRAU DE CONVERSSÃO (GC).....	55
2.3.4	pH .....	57
2.3.5	SORÇÃO E SOLUBILIDADE .....	62
2.3.6	ECONOMIA DE MATERIAL.....	64
2.3.7	ANÁLISE DA POROSIDADE .....	66

<b>2.4</b>	<b>DISCUSSÃO</b> .....	72
<b>2.5</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	81
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	84
<b>3</b>	<b>CAPÍTULO II - EFEITO DO MÉTODO/TECNOLOGIA DE MISTURA NAS PROPRIEDADES ADESIVAS DE UM CIMENTO RESINOSO DUAL AUTOADESIVO E AUTOCONDICIONANTE</b> .....	88
	<b>RESUMO</b> .....	89
<b>3.1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	90
<b>3.2</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	93
3.2.1	MATERIAIS UTILIZADOS .....	93
3.2.2	MÉTODOS .....	96
3.2.2.1	Confecção dos corpos-de-prova em dentina .....	96
3.2.2.2	Confecção dos corpos-de-prova em zircônia .....	97
3.2.2.3	Ensaio de resistência de união .....	99
3.2.2.4	Análise fractográfica .....	99
3.2.2.5	Análise estatística .....	100
<b>3.3</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	101
3.3.1	RESISTÊNCIA DE UNIÃO (RU) À DENTINA .....	101
3.3.2	RESISTÊNCIA DE UNIÃO (RU) À ZIRCÔNIA .....	103
3.3.3	ANÁLISE FRACTOGRÁFICA EM DENTINA .....	105
3.3.4	ANÁLISE FRACTOGRÁFICA EM ZIRCÔNIA .....	107
<b>3.4</b>	<b>DISCUSSÃO</b> .....	109
<b>3.5</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	113
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	115
	<b>REFERÊNCIAS<sup>1</sup></b> .....	119
	<b>ANEXOS</b> .....	124

## 1. INTRODUÇÃO

### 1.1 CIMENTOS RESINOSOS

Com a crescente evolução de novos materiais restauradores que buscam atender ao desafio de equilibrar altas propriedades mecânicas com excelente estética, tornou-se necessário o desenvolvimento de agentes de cimentação que fossem compatíveis com estes novos materiais indiretos e que produzissem um efeito sinérgico em suas propriedades físicas, culminando assim com a maior longevidade da peça protética (1, 2, 3). O cimento resinoso convencional é um compósito de baixa viscosidade e sua composição química (tipo de monômero e carga, e a proporção entre estes) varia de acordo com cada fabricante (4).

Esses agentes cimentantes possuem propriedades mecânicas satisfatórias, entretanto, sua biocompatibilidade depende da porcentagem de monômeros lixiviáveis e do grau de conversão final do material, e da espessura do remanescente dentinário recobrando o tecido pulpar. Dependendo da composição química do cimento resinoso, sua biocompatibilidade pode ser ligeiramente menor quando comparada com a biocompatibilidade de cimentos que tomam presa por reação ácido-base (2, 3, 5).

Uma das grandes vantagens do cimento resinoso é a possibilidade da escolha de cor. Esta é uma característica de suma importância nos casos de restaurações indiretas em dentes anteriores, como os laminados cerâmicos, pois são próteses ultrafinas que possuem diferentes níveis de translucidez. Essas próteses podem sofrer alterações em suas propriedades ópticas em algum nível em função da cor do cimento resinoso subjacente, podendo levar ao insucesso do procedimento clínico (6). Além disso, para o completo êxito do procedimento restaurador, a tonalidade da peça protética deve permanecer estável durante um longo período (7).

Cimentos resinosos podem ter a reação de polimerização iniciada através de meios químico, físico (fotopolimerização) ou ambos (cura dual). Um dos fatores que pode afetar a estabilidade de cor de um cimento resinoso é o grau de conversão do material. Alguns estudos mostram resultados variados quanto à alteração da cor final de uma peça protética cimentada com cimento resinoso em função do modo de cura

utilizado: fotopolimerização ou polimerização dual, após o envelhecimento do conjunto. Contudo, segundo o estudo *in vitro* conduzido por Lee e Choi (2018), desde que adequadamente polimerizado, não há diferença na proporção da alteração de cor a longo prazo de uma restauração cimentada com cimento resinoso dual em comparação a restaurações cimentadas utilizando outros métodos de cura (7). Um estudo clínico que acompanhou durante 2 anos a alteração de cor em laminados cerâmicos de 0,5 mm de espessura confeccionados para pré-molares e cimentados com cimento resinoso utilizando três metodologias de polimerização (autopolimerização, fotopolimerização e dual) evidenciou que não houve diferença quanto à estabilidade da cor em função do modo de polimerização do material (8).

## 1.2 CIMENTOS RESINOSOS AUTOADESIVOS

Uma categoria de cimento resinoso que passou a ser amplamente utilizado na prática clínica devido à sua praticidade são os cimentos resinosos autoadesivos. Esses cimentos possuem monômeros ácidos em sua composição, portanto, são capazes de promover a desmineralização do substrato dentário e infiltrá-lo ao mesmo tempo. Existe uma grande variedade desses monômeros, devendo ser corretamente selecionados pelo fabricante e ter a concentração adequada para que assim sejam obtidas as características de hidrofília e hidrofobia ideais, cumprindo com o objetivo de desmineralizar e promover adesão, e assim simplificar a técnica operatória (9).

Os componentes do cimento resinoso autoadesivo devem ser separados em duas seringas para que não ocorra uma reação química precoce do material, no caso de o mecanismo de polimerização ser dual. Muitos cimentos resinosos autoadesivos duais apresentam um atraso na polimerização inicial do material devido à presença dos monômeros ácidos em sua composição que podem diminuir a disponibilidade de radicais livres (1). Sendo assim, o grau de conversão do material aumentará com o tempo, à medida que a polimerização química progride, podendo perdurar até duas semanas (10). Um estudo *in vitro* conduzido por Frassetto et al. (2012) comparou a cinética de polimerização de três cimentos resinosos autoadesivos de cura dual com um cimento resinoso convencional dual em dois tempos de fotopolimerização, 20 segundos e 40 segundos, e avaliou o grau de conversão após 10 minutos e 6 horas decorridos da confecção do espécime. Os autores verificaram que após transcorridas



as seis horas, houve um aumento significativo do grau de conversão dos cimentos resinosos autoadesivos, correspondente à polimerização química, e que não houve influência do tempo de fotopolimerização (20 ou 40 segundos) no grau de conversão desses materiais (11).

O mecanismo de cura dual aumenta o grau de conversão dos cimentos resinosos autoadesivos quando comparado apenas com a autopolimerização. Entretanto, os monômeros ácidos presentes nos cimentos autoadesivos precisam ser neutralizados após o processo de desmineralização da estrutura dentária para que não interfiram no processo de cura, caso contrário, isso pode afetar negativamente as propriedades mecânicas finais do material. Esse fenômeno pode ser mais pronunciado nos casos dos estudos *in vitro* em que não há a presença dos minerais provenientes da hidroxiapatita gerados a partir da desmineralização da estrutura dentária feita pelo cimento autoadesivo, pois estes minerais participam do processo da neutralização do pH do material (12-14).

Apesar de grande parte dos cimentos resinosos autoadesivos apresentarem propriedades mecânicas inferiores quando comparadas aos cimentos resinosos convencionais, os valores correspondentes a essas propriedades variam muito entre as diversas marcas comerciais disponíveis no mercado por causa da heterogeneidade da composição química, principalmente em relação ao conteúdo de carga, de modo que os cimentos resinosos autoadesivos apresentam propriedades mecânicas muito diferentes dentro de sua própria categoria de cimento (14-16). Por exemplo, alguns cimentos podem apresentar valores de resistência flexural equiparáveis aos valores obtidos com cimentos resinosos convencionais, como evidenciado no estudo realizado por Furuichi et al. (2013), no qual dois cimentos resinosos autoadesivos dos cinco cimentos autoadesivos testados, BeautiCem AS e G-CEM LinkAce, apresentaram os seguintes valores de resistência flexural: 144,2 MPa e 121,4 MPa, respectivamente; e o cimento resinoso convencional (grupo controle) apresentou 138,5 MPa (17).

Entretanto, uma meta-análise que avaliou três estudos clínicos randomizados que comparavam o desempenho clínico de restaurações indiretas cimentadas com cimentos resinosos autoadesivos e convencionais em dentes pré-molares e molares concluiu que, no período de 1 ano, tanto o cimento resinoso convencional quanto o autoadesivo apresentaram taxas de integridade da restauração semelhantes, apesar

do pequeno número de estudos analisados e o fato de os cimentos serem de marcas comerciais diferentes (18).

Apesar de facilitar o procedimento de cimentação adesiva, pois reduzem o número de passos operatórios, estudos que avaliaram a adesão de cimentos resinosos autoadesivos em comparação aos cimentos resinosos convencionais, são controversos devido à grande variabilidade e metodologias utilizadas (19, 20). Para garantir uma alta força de adesão, é necessário que a mistura dos componentes do agente cimentante seja homogênea, de modo que bolhas não sejam incorporadas na interface adesiva, pois diminuem a área de contato do cimento com a estrutura dentária e a peça protética, e funcionam como defeitos no volume do material. Além disso, é necessário que se obtenha o maior grau de conversão no volume de cimento utilizado. Esses fatores, quando negligenciados, podem reduzir as propriedades mecânicas do material, o que corresponde a baixos valores nos testes de dureza e resistência à flexão, por exemplo. Além disso, é preciso que essas propriedades mecânicas resistam aos desafios impostos pelo ambiente oral e se mantenham em níveis relativamente altos com o tempo, garantindo a maior longevidade à restauração indireta (21, 22).

### 1.3 DISPOSITIVOS DE AUTOMISTURA

Mediante o exposto a respeito das características e propriedades dos cimentos resinosos de maneira geral, torna-se evidente que o processo de cimentação é uma etapa crítica e de suma importância para o sucesso do procedimento clínico restaurador, pois o surgimento de falhas como a perda de retenção e ausência de selamento marginal, podem levar ao descolamento da prótese e ao surgimento de cárie secundária. Essas falhas podem ser causadas por erros na manipulação do agente cimentante e alteração nas proporções dos componentes pasta base e pasta catalisadora, o que pode levar a variações nas propriedades mecânicas e na força de adesão (23, 24).

Um estudo avaliou a adesão de *Streptococcus Mutans* a diferentes tipos de cimentos, sendo um deles o cimento resinoso autoadesivo, em função da variação na proporção da mistura de pasta base/pasta catalisadora ou pó/líquido, e verificaram a

maior presença bactérias aderidas cimentos resinosos autoadesivos quando aumentaram a proporção de 4:1 para 4:1,5 de catalisador (24).

Visto isso, com o objetivo de diminuir possíveis erros de manipulação do material, foram desenvolvidos dispositivos que proporcionam a quantidade correta de pasta base e a pasta catalisadora de cimentos resinosos. Um desses dispositivos é a ponta de automistura, que realiza a correta manipulação do cimento, e assim reduz a incorporação de bolhas, otimiza o tempo clínico e facilita a inserção do material no canal radicular e dentes preparados. Desde 1999 os pesquisadores estudam a influência da alteração no correto proporcionamento dos componentes (pó e líquido) dos agentes cimentantes em suas propriedades mecânicas e físicas (25). As pesquisas nesse âmbito se voltaram principalmente para os cimentos de ionômero de vidro convencionais e modificados por resina, onde identificaram influência tanto do proporcionamento quanto do método de mistura nas propriedades desses materiais, além de uma ampla variabilidade nestes resultados obtidos dependendo da marca comercial de cimento avaliada (26-28). Com a introdução dos cimentos resinosos, alguns pesquisadores começaram a avaliar a influência do método de mistura nas propriedades dessa classe de cimento. Contudo, os estudos disponíveis na literatura são controversos quanto ao efeito da automistura nas propriedades dos cimentos odontológicos e não especificam que tipo de ponta de automistura foi utilizada em cada manipulação nos estudos e não fornecem detalhes da metodologia da manipulação manual (21, 23, 29-31).

Um estudo recente avaliou as propriedades mecânicas de 7 cimentos resinosos autoadesivos e um cimento resinoso convencional de cura dual em função de diferentes métodos de mistura (automistura e mistura manual), antes e após realizar o envelhecimento artificial, e observaram alterações nas propriedades mecânicas em função do método de mistura utilizado, principalmente em relação ao parâmetro tenacidade à fratura. Contudo, enquanto alguns cimentos apresentaram aumento nos valores de tenacidade à fratura quando o método de automistura era usado, outros cimentos apresentaram uma redução nos valores dessa propriedade. Isso evidencia que a inserção de dispositivos de automistura não necessariamente promove a melhoria das propriedades do material, pois a homogeneidade da mistura depende das características geométricas e da capacidade da tecnologia sendo utilizada em proporcionar uma mistura homogênea. Neste estudo em questão, os autores

generalizaram a divisão em apenas automistura e mistura manual, e as características das pontas de automistura, assim como o tipo de ponta, não foram detalhadamente descritas para que se pudesse propor uma justificativa para a variabilidade encontrada entre o uso ou não das pontas (30).

Atualmente existem diferentes pontas de automistura com diversos diâmetros, arquitetura interna e comprimento, sendo este último fator importante para uma mistura homogênea do material (31). Algumas pontas de automistura ainda possuem cânulas acopladas na extremidade que facilitam a inserção do material no canal radicular nos casos de cimentação de pinos intrarradiculares. O processo de inserção do cimento no canal é um passo importante, sendo que uma revisão sistemática ressaltou em seus achados a existência de várias técnicas e instrumentos que permitem a aplicação do cimento resinoso, como por exemplo o lentulo. Entretanto, este não é o instrumento mais adequado para garantir as melhores propriedades adesivas, pois ao preencher o conduto com o pino de fibra e o cimento, deseja-se a menor porcentagem de incorporação bolhas de ar no material para garantir a integridade da interface adesiva (32).

As tecnologias de automistura são utilizadas não apenas na odontologia, de modo que as buscas por dispositivos mais eficientes e econômicos se iniciou no campo da engenharia e foi transposto para a área odontológica. Os dispositivos de automistura utilizados na odontologia são de caráter passivo, isto é, a mistura depende exclusivamente da interação entre as pastas promovida pela geometria interna dos dispositivos, não há um agente externo que esteja impulsionando e realizando a mistura em si (33).

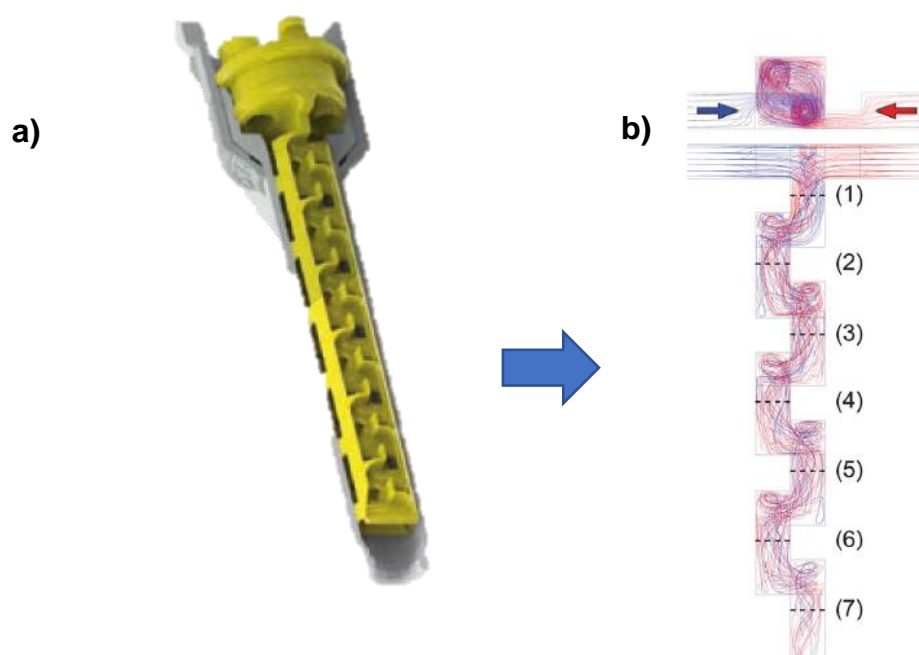
A primeira tecnologia de mistura, e mais comumente utilizada, introduzida na odontologia foi a ponta de automistura com geometria interna no formato helicoidal, como apresentado na Figura 1 a). A arquitetura interna dessa ponta baseia-se no formato comum de uma hélice ao longo do comprimento do dispositivo.

Contudo, recentemente foram introduzidos no mercado pontas de automistura que utilizam a chamada tecnologia T (T-mixer) (Figura 1 b).

Figura 1 - Imagem representativa das geometrias internas das pontas a) helicoidal e b) T-mixer (Manual do fabricante Medmix, Mixpac, Sulzer).



Figura 2: a) Imagem da tecnologia T-mixer utilizada nas pontas de automistura T-mixer para cimentos resinosos e silicones de adição (Manual do fabricante); b) Esquema das linhas de correntes geradas no micromisturador serpentina com unidade de repetição em forma de L (38).

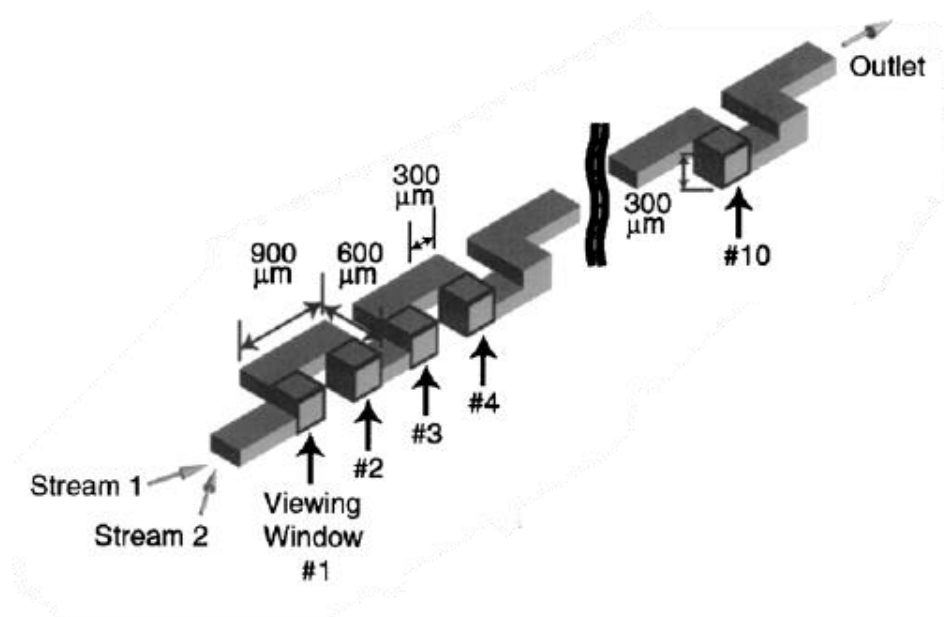


O fabricante das pontas de automistura com tecnologia T-mixer (Medmix, Sulzer) não disponibiliza muitas informações específicas a respeito do mecanismo de mistura do material. A Figura 2 a) apresenta a arquitetura interna da ponta de automistura com tecnologia T-mixer produzida pelo fabricante (Manual do fabricante). Um estudo realizado por Matsunaga e Nishino (2014), avaliou a entrada indutora para diferentes tipos de micromisturadores passivos. No estudo são apresentados diversos formatos de micromisturadores com tecnologia T, um desses misturadores é o

micromisturador de serpentina, que é uma variação geométrica do misturador em T (34, 35). A Figura 2 b) retirada do estudo de Matsunaga e Nishino (2014) apresenta a distribuição das concentrações e linhas de corrente no micromisturador em serpentina. Com exceção da entrada em formato de turbilhão, pode-se traçar uma correlação de semelhança entre a arquitetura das pontas T-mixer disponibilizadas no mercado odontológico com a figura da dinâmica do fluxo de mistura do misturador serpentina. (Figura 2 b) (34).

O micromisturador em serpentina foi desenvolvido por Liu et al. (2000) no âmbito da engenharia mecânica para misturas em macroescala (36). A Figura 3 apresenta a estrutura do micromisturador proposto por Liu et.al. (2000) (36). Segundo os autores, a arquitetura desse micromisturador permite que o fluido seja movimentado através dos dois planos no formato “C” para que ocorra o fenômeno de advecção caótica, isto é, os fluidos se misturem de forma intensa dentro do contexto de um fluxo laminar (mais lento), o qual é promovido pela alteração da geometria que promove uma maior interação entre os fluidos a serem misturados através de sua torção (34, 36).

Figura 3 - Esquema 3D do misturador serpentina idealizado por Liu et al. (2000) (36).



O objetivo da tecnologia T-mixer na odontologia não é não apenas promover uma mistura mais homogênea e com maior rapidez, mas reduzir o desperdício de cimentos resinosos e materiais de moldagem (35, 36), pois tratam-se de materiais que apresentam alto custo. Como requisitos de um material odontológico, além de biocompatibilidade, excelentes propriedades mecânicas e estéticas, deseja-se que ele seja economicamente viável. Um estudo que avaliou a economia do silicone de adição para moldagem utilizando diferentes métodos de mistura constatou o maior desperdício do material quando a técnica manual era utilizada, e que a arquitetura de uma das pontas testadas (tecnologia T-Mixer) proporcionou uma maior redução no desperdício (37).

Um agente cimentante que é comercializado com pontas de automistura é o cimento resinoso set PP da SDI, descrito pelo fabricante como autocondicionante, autoadesivo e de cura dual, composto de 35% em peso de éster metacrilato e 65% em peso de partícula inorgânica (instruções do fabricante). O fabricante ainda informa as seguintes especificações do produto: Não mais que 150 MPa de resistência à compressão após 24 horas, 50 MPa de resistência à tração diametral após 24 horas. Entretanto, ainda é um material pouco utilizado nos ensaios reportados na literatura. Com relação à resistência adesiva, os valores publicados na literatura são heterogêneos devido às diferentes metodologias utilizadas (38-40). Contudo, o estudo que analisou algumas propriedades desse cimento após 24 horas obteve os seguintes valores: resistência à flexão de 56,7 MPa, módulo de elasticidade de 1,25 GPa e grau de conversão de 12,4%, valores significativamente menores quando comparado aos do cimento YCEM AS da Yller Biomaterials que obteve 84,2 MPa de resistência flexural, 2,7 GPa de módulo de elasticidade e 38,8% de grau de conversão. Entretanto, a avaliação do seT PP foi feita após a mistura manual durante 30 segundos, isto é, sem utilizar qualquer dispositivo de automistura (38).

#### 1.4 DENTINA

A dentina é um tecido formado por túbulos dispostos entre o limite amelodentinário e a câmara pulpar, os quais são formados pela dentina intertubular, aquela presente entre os túbulos, e a peritubular, a dentina que forma as paredes do

túbulo dentinário. Dentro de cada túbulo há o prolongamento da célula odontoblasto, o qual é permeado pelo fluido intratubular. A medida em que se aproxima da polpa, ocorre o aumento do número de túbulos, assim o seu diâmetro interno. Trata-se de um substrato heterogêneo composto por aproximadamente 70% de conteúdo inorgânico, 20% de conteúdo orgânico e 10% por água, portanto, de difícil adesão, visto que os monômeros usados na odontologia são majoritariamente de caráter hidrófobo (41, 42).

O processo de adesão ao substrato dentinário é um procedimento crítico e de difícil execução, visto que é necessário reduzir substancialmente o conteúdo de água para que possa ocorrer a interação com o aderente resinoso, e ao mesmo tempo manter o meio hidratado, pois, caso seja removida toda a água, as fibrilas de colágenos expostas podem colabar e assim impedir o correto mecanismo de adesão. Visto isso, buscando reduzir falhas na técnica e simplificar as etapas do processo de adesivo: condicionamento ácido, aplicação do primer, bond e cimento resinoso; os pesquisadores desenvolveram os cimentos resinosos autoadesivos e auto condicionantes. Esses cimentos, por possuírem os monômeros ácidos em sua composição, desmineralizam e infiltram a dentina ao mesmo tempo. O grande desafio para estes materiais é conseguir neutralizar o pH após interagirem com o substrato. Os minerais provenientes da desmineralização da dentina, participam da neutralização do pH do cimento resinoso (43).

Existe uma grande variabilidade nos resultados de adesão à dentina devido à heterogeneidade da composição dos cimentos resinosos autoadesivos. São materiais marca dependentes, logo, é difícil estabelecer um valor médio de resistência de união para essa classe de materiais. Os estudos que avaliaram a resistência de união à dentina do cimento seT PP encontraram baixos valores, em geral, o menor valor estatisticamente quando comparado com outras marcas comerciais, podendo variar de 0,7 MPa a 4,8 MPa (38, 40, 44).

Atualmente, a maioria dos trabalhos protéticos são destinados à adesão no substrato dentinário, como as coroas totais e os pinos de fibra de vidro. E, apesar dos avanços, realizar a correta adesão à dentina ainda é um desafio, pois trata-se de um procedimento clínico crítico, sensível à técnica operatória, cuja falha pode levar à perda de retenção da prótese e ao insucesso do trabalho.



## 1.5 ZIRCÔNIA

A zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria tem sido muito utilizada como infraestrutura para próteses fixas em substituição ao metal devido às suas propriedades mecânicas superiores quando comparadas às porcelanas e vitro-cerâmicas. Possui três isoformas: monoclinica, tetragonal e cúbica, sendo que a fase tetragonal não é estável à temperatura ambiente e por isso adiciona-se o dopante ítria para manter o material nessa conformação molecular à temperatura ambiente (45, 46).

É um material com excelentes propriedades mecânicas devido a três principais mecanismos: a tenacificação por transformação de fase, a deflexão e o ponteamento de trinca. Na tenacificação por transformação de fase, quando tensões de tração que incidem sobre a zircônia, ocorre a transformação da fase tetragonal para a fase monoclinica. Como esta última tem maior volume, os grãos no formato monoclinico exercem tensões de compressão em volta do defeito ou trinca, impedindo a sua propagação. Já na deflexão de trinca consiste no bloqueio da propagação de trinca devido a interposição de cristais na microestrutura, o que culmina com a necessidade de uma maior energia para que o defeito continuasse se propagando e culminasse com a fratura catastrófica. No ponteamento, as superfícies da trinca são unidas por uma fase do material (46, 47).

Apesar dessas vantagens citadas anteriormente, realizar a adesão em peças de zircônia ainda é um grande desafio para a odontologia, visto que esta cerâmica não é passível de ser condicionada pelo ácido fluorídrico como as demais devido à ausência da fase vítrea em sua microestrutura. Dessa forma, muitas metodologias alternativas de tratamento de superfície têm sido propostas no intuito de criar uma adesão efetiva e longa entre a zircônia, o cimento e o remanescente dentário (48).

Atualmente sabe-se que uma das melhores formas de se promover adesão às cerâmicas policristalinas é a associação de tratamentos físicos e químicos. Contudo, existem inúmeros protocolos avaliados na literatura (49). O jateamento com partículas de óxido alumínio revestidas por sílica, conhecido como tratamento triboquímico, é um tratamento de superfície bem consolidado, pois além de promover a formação de rugosidades na zircônia jateada, reveste a superfície com sílica, permitindo assim a aplicação do primer cerâmico contendo MDP, o qual estabelecerá uma ligação entre

a zircônia silicatizada e o cimento resinoso (50, 51). Contudo, o tratamento triboquímico deve ser feito com parâmetros adequados, como tamanho de partícula, pressão do jateamento e distância da superfície jateada para que apenas sejam criadas rugosidades nas superfícies, e a formação de defeitos microestruturais seja evitada, preservando as boas propriedades mecânicas do material e estabelecendo uma ligação química efetiva com o cimento resinoso (50). Entretanto, mesmo com os tratamentos de superfície, é necessário obter formas de garantir a longevidade da adesão dessas peças cerâmicas

Como exposto anteriormente, existem diversos tipos de dispositivos de automistura para cimentos resinosos autoadesivos e autocondicionantes, com diferentes geometrias e princípios de mistura que visam não apenas otimizar o procedimento operatório, obter um material homogêneo, com o mínimo de porosidade, excelentes propriedades mecânicas e máximo grau de conversão dentro da sua finalidade clínica, e que, principalmente, mantenha essas características ao longo tempo, de modo a garantir a maior longevidade da cimentação de pinos intrarradiculares e próteses fixas. Contudo, ainda não há estudos que avaliem de forma comparativa e aprofundada essas tecnologias de automistura na odontologia a fim de se esclarecer o efeito delas nas propriedades dos cimentos resinosos. Além disso, devido à alta variabilidade nas propriedades dentro da classe dos cimentos resinosos autoadesivos em função da marca comercial e aos poucos estudos com o cimento seT PP, torna-se relevante avaliar de forma mais aprofundada as características desse material (13, 26). Sendo assim, este trabalho se propõe a avaliar o efeito de diferentes tecnologias de mistura nas propriedades físico-químicas, mecânicas, adesivas e no desperdício de material do cimento resinoso autoadesivo, autocondicionante de cura dual, seT PP.

**2 EFEITO DO MÉTODO/TECNOLOGIA DE MISTURA NAS PROPRIEDADES  
MECÂNICAS, FÍSICO-QUÍMICAS E NA ECONOMIA DE UM CIMENTO RESINOSO  
DUAL AUTOADESIVO E AUTOCONDICIONANTE**

## RESUMO

**Objetivos:** avaliar o efeito de diferentes métodos/tecnologias de mistura nas propriedades mecânicas, físico-químicas, porosidade e na economia de material de um cimento resinoso. **Materiais e Métodos:** a partir do cimento resino dual autocondicionante e autoadesivo (seT PP, SDI Limited, Austrália) 6 grupos experimentais foram criados usando os seguintes métodos/tecnologia de mistura: PH, automistura com ponta de misturadora helicoidal; PT-MC, automistura com ponta misturadora tecnologia T-Mixer; PT-MIO, automistura com ponta misturadora tecnologia T-Mixer associada a uma ponta intraoral plástica; PT-AF, automistura com ponta misturadora T-Mixer associada a uma ponta intraoral metálica; PH-MIO, automistura com ponta misturadora misturadora helicoidal associada a uma ponta a intraoral plástica; e f) Manual, mistura manual em bloco de espatulação e espátula metálica. Corpos-de-prova em forma de disco foram confeccionados para cada teste a ser realizado: resistência à flexão biaxial (RFB) (12 x 1 mm, n=30), microdureza Knoop (MK) (n=10); grau de conversão (GC) (7 x 1 mm, n=3); sorção e solubilidade (5 x 1 mm, n=6); e pH (6 x 2 mm, n=6). Para a análise da porosidade, películas de 10x25 mm x 100 µm foram confeccionadas. A avaliação das propriedades mecânicas foi realizada após 24 horas e 1 mês e armazenamento em água destilada. O teste de RFB foi realizado em uma máquina universal de ensaios (0,5mm/min). A partir do teste de RFB, os fragmentos foram randomicamente selecionados para a realização do ensaio de MK (50g/15 seg). O GC foi analisado por espectroscopia próximo do infravermelho imediatamente após a confecção dos espécimes e após 1 hora, 24 horas, 48 horas, 7 dias e 14 dias de armazenamento. A economia de material (EM) foi avaliada através da pesagem dos instrumentos de mistura utilizados para cada estratégia antes e depois de sua utilização. Os dados obtidos da RFB, MK antes e após o envelhecimento, pH e GC foram analisados por ANOVA 2 fatores; a EM, sorção e solubilidade analisadas por Kruskal-Wallis, com Teste Tukey (alfa=5%). **Resultados:** o método de mistura afetou todas as propriedades avaliadas no estudo, com exceção da RFB. O método/tecnologia de mistura afetou apenas o GC imediato para todos os grupos experimentais. O tempo foi um fator significativo na avaliação das propriedades RFB, MK, GC e pH. Dentro dos grupos experimentais, o grupo PH foi um dos que apresentou menor EM e o PT-AF um dos que apresentou maior EM. O método de mistura parece afetar o tamanho e distribuição da PO **Conclusão:** o método/tecnologia de mistura pode afetar, MK, GC inicial, sorção e solubilidade e pH no caso específico do cimento resinoso seT PP. A RFB não é afetada pelo efeito/tecnologia de mistura do cimento seT PP.

## 2.1 INTRODUÇÃO

Os cimentos resinosos autoadesivos foram introduzidos na prática odontológica com o objetivo de diminuir a sensibilidade à técnica operatória oriunda do processo de cimentação adesiva e ainda otimizar o tempo clínico do cirurgião-dentista (1). Por ser um material autocondicionante e autoadesivo, permite a eliminação da etapa de aplicação do sistema adesivo, visto que este material possui em sua composição monômeros funcionais capazes de desmineralizar o substrato e, concomitantemente, infiltrá-lo (1, 2).

Apesar desse grande avanço, os cimentos resinosos autoadesivos caracterizam-se por serem materiais com uma ampla variabilidade no que diz respeito às suas propriedades adesivas e mecânicas (3, 4). Esse fato se deve à heterogeneidade da composição desses materiais (2) e à dificuldade em se estabelecer um equilíbrio entre as características de hidrofília e hidrofobia, visto que necessitam de um pH ácido (hidrofílico) capaz de desmineralizar o substrato, contudo, este precisa ser neutralizado para que os monômeros resinosos se tornem hidrófobos e assim absorvam menos água e resistam à degradação hidrolítica imposta pelo ambiente oral (5, 6).

Uma das formas de garantir que o material atinja elevadas propriedades, dentro do limite imposto pela sua composição, é através do correto proporcionamento dos seus componentes e correta manipulação (7- 9). Um estudo avaliou a influência de alterações nas proporções dos componentes de cimentos de reação ácido-base e polimerizáveis e constataram que essas variações na proporção correta dos agentes cimentantes podem afetar suas propriedades mecânicas, principalmente no caso dos cimentos resinosos autoadesivos. Uma das propriedades que apresentou maior variabilidade foi a resistência ao desgaste (9).

Uma das formas de reduzir esses erros foi a incorporação das pastas base e catalisadora em cartuchos com dupla saída que são acionadas ao mesmo tempo para dispensar comprimentos iguais das pastas do cimento resinoso. Entretanto, mesmo com este dispositivo, ainda pode ocorrer erros no proporcionamento devido a não equalização das pastas na saída por conta da diferença de viscosidade entre elas.

A manipulação manual arbitrária do agente cimentante pode gerar a incorporação de bolhas na mistura e assim afetar a polimerização do material devido à presença do oxigênio, afetando suas propriedades, principalmente as adesivas (10). Dessa forma, outro caminho proposto para resolver esse problema foi o desenvolvimento das pontas de automistura.

Em muitos estudos a hipótese da forma de manipulação do material é proposta como justificativa de maiores ou menores valores para os parâmetros avaliados, como a sorção e solubilidade (11, 12), contudo os autores não avaliaram a influência do método de mistura nos estudos citados. Apesar de haver na literatura estudos que avaliaram a influência de erros no proporcionamento (7, 9) e na forma de manipulação dos cimentos em suas propriedades, nenhum deles especifica ou descreve a ponta de automistura utilizada, assim como os resultados obtidos nem sempre mostram que o uso da ponta de automistura promove a melhoria das propriedades avaliadas (10, 13-16).

Dizer apenas que foi utilizada uma ponta de automistura em comparação à mistura manual é uma descrição substancialmente genérica, pois assim como a mistura manual pode ser feita de forma aleatória ou padronizada a fim de se reduzir a variabilidade do fator operador, existem diversos dispositivos de automistura disponíveis no mercado, sendo o mais comum as pontas de automistura com geometria interna no formato helicoidal. Esses dispositivos são classificados como passivos, pois a interação entre os fluidos passantes depende exclusivamente do seu formato geométrico, não há um agente externo impulsionando essa mistura.

Na área da engenharia, existe uma forte pesquisa com relação ao uso e desenvolvimento dos micromisturadores passivos a fim de se obter misturas mais homogêneas e rápidas e com o menor desperdício de material (17-20). O formato mais estudado é a geometria T-mixer, desenvolvida por Liu et al. (2000) (21), assim como as novas adaptações propostas para este formato, como é o caso dos micromisturadores T em serpentina. Esses misturadores promovem uma maior interação entre os fluidos a serem misturados, visto que a mistura em misturadores do tipo passivos ocorre por difusão molecular (17, 18).

Recentemente foi introduzido no mercado odontológico os dispositivos de automistura que utilizam a chamada tecnologia T-mixer e que podem estar associados

ou não a cânulas intraorais para facilitar a inserção do material. Os fabricantes desses dispositivos não fornecem muitas informações específicas a respeito dessa tecnologia (origem e mecanismo físico da mistura), entretanto, pode-se estabelecer uma semelhança entre esta e a tecnologia T idealizada por Liu et al. (21) e adaptada por Matsunaga e Nishino (micromisturador em serpentina) utilizada no campo da engenharia em micromisturadores (22).

Diante do exposto, conclui-se que há pouca informação específica na literatura no campo da odontologia a respeito desses dispositivos de automistura. Ressalta-se ainda a necessidade de compreender o mecanismo de mistura proposto por cada dispositivo a fim de se verificar se são capazes de melhorar as propriedades, a curto e longo prazo, dos materiais manipulados.

Dessa forma, o objetivo do presente estudo foi avaliar a influência do método/tecnologia de mistura (mistura manual e cinco diferentes tecnologias de automistura) em diversas propriedades (resistência à flexão biaxial, microdureza Knoop, grau de conversão, pH, sorção, solubilidade e porosidade) de um cimento resinoso dual autoadesivo e autocondicionante e no desperdício de material. Algumas das propriedades foram avaliadas em função do fator tempo. A resistência à flexão e a dureza foram avaliadas nos tempos 24 horas e 1 mês. O grau de conversão foi avaliado nos tempos imediato, após 1 hora, 24 horas, 48 horas, 7 dias e 14 dias. O pH foi determinado nos tempos de 5 e 15 minutos, 1, 24 e 48 horas. A hipótese nula I foi a de que as diferentes estratégias de mistura do cimento não afetam nenhuma das propriedades avaliadas, e a hipótese nula II foi a de que o fator tempo não interfere na resistência à flexão, microdureza Knoop, grau de conversão e pH para nenhuma das estratégias de mistura.

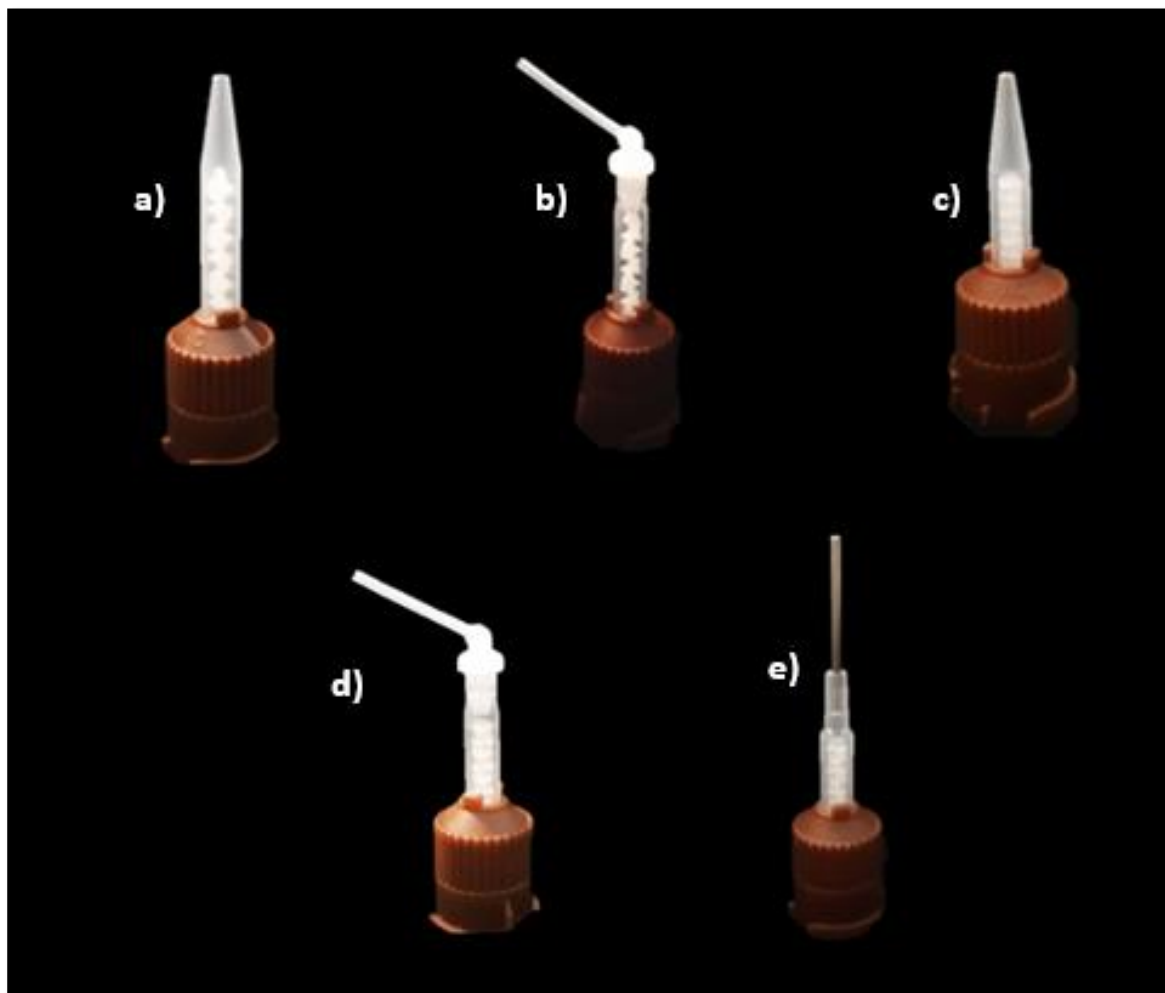
## 2.2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.2.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Cinco pontas de automistura com diferentes tecnologias foram utilizadas neste estudo: ponta de automistura helicoidal (Figura 1 a); ponta de automistura helicoidal com ponta acessória intraoral plástica (Figura 1 b); ponta de automistura T-Mixer (Figura 1 c); ponta de automistura T-Mixer com ponta acessória intraoral plástica (Figura 1 d); ponta de automistura T-Mixer com cânula acessória intraoral metálica (Figura 1 e); e um único tipo de cimento resinoso dual autocondicionante e autoadesivo. (seT PP, SDI Limited, BaysWater, Victoria Austrália). A Tabela 1 apresenta as especificações detalhadas de cada material utilizado no estudo.



Figura 1 - Imagens de cada dispositivo de automistura utilizado no estudo: a) ponta de automistura helicoidal; b) ponta de automistura helicoidal com ponta acessória intra-oral plástica; c) ponta de automistura T-Mixer; d) ponta de automistura T-Mixer com ponta acessória intraoral plástica; e) ponta de automistura T-Mixer com cânula acessória metálica.



Fonte: A autora.

Tabela 1 - Materiais utilizados no estudo (informações fornecidas pelo manual do fabricante).

<b>Material</b>	<b>Fabricante</b>		<b>Conteúdo</b>
<b>seT PP</b>	SDI BaysWater, Austrália	Limited, Victoria	Cimento resinoso autoadesivo e autocondicionante composto por 35% em peso de éster metacrilato e 65% em peso de partícula inorgânica.
<b>Ponta de automistura helicoidal</b>	Medmix, Management Suíça	Sulzer Ltda,	Helicoidal, diâmetro interno de 2,5 mm e 39,7 mm de comprimento e comportando um volume de material de 0,19 ml; cor marrom, com saída S cônica ML 2.5-08-S, D, Sulzer
<b>Ponta de automistura T-Mixer</b>	Medmix, Management Suíça	Sulzer Ltda,	T-Mixer, diâmetro interior de 2,5 mm e tem 34,4 mm de comprimento, comportando um volume de material de 0,13 ml; cor marrom, com saída S cônica MLT 2.5-10-S, Sulzer
<b>Ponta de automistura T-Mixer com ponta acessória intraoral plástica</b>	Medmix, Management Suíça	Sulzer Ltda,	T-Mixer, diâmetro interno de 2,5 mm, 30,6 mm de comprimento e que comporta um volume interno de 0,14 ml, com uma saída D reta para o acoplamento de uma ponta intraoral transparente de 0,9 mm de diâmetro e volume de 0,025ml; cor marrom, com saída D flat (MLT 2.5-10-D) com ponta acessória intraoral plástica (IOR 209-20)
<b>Ponta de automistura T-Mixer com cânula intraoral metálica</b>	Medmix, Management Suíça	Sulzer Ltda,	T-Mixer, diâmetro interno de 2,5 mm, 33,85 mm de comprimento e que comporta um volume interno de 0,12 ml, com a saída D reta. Essa ponta é produzida com uma cânula de aço inox de 0,8 mm de diâmetro interno acoplada à sua saída, cor marrom (MLT 2.5-10-N11-BT, Sulzer)
<b>Ponta de automistura helicoidal com ponta acessória intraoral plástica</b>	Medmix, Management Suíça	Sulzer Ltda,	Helicoidal, 33 mm de comprimento e diâmetro interno de 2,55 mm e 0,14 ml de volume; com uma saída reta para o acoplamento de uma ponta intraoral transparente de 0,9 mm de diâmetro e volume de 0,025ml; cor marrom, saída D flat (ML 2.5-08-D) com ponta acessória intraoral plástica, Sulzer (IOR 209-20)

Fonte: A autora.

## 2.2.2 MÉTODOS

### 2.2.2.1 Resistência à Flexão e Microdureza Knoop

Cento e oitenta espécimes em forma de discos (12 mm x 1 mm) (23) foram confeccionados utilizando uma matriz circular metálica. Seis grupos experimentais

(n=30) foram criados de acordo com a tecnologia utilizada para executar a mistura das duas pastas do cimento resinoso (Tabela 2).

Tabela 2 - Grupos experimentais avaliados no estudo com suas respectivas descrições.

<b>Grupo</b>	<b>Descrição Método/Tecnologia de Mistura</b>
<b>PH</b>	Ponta de automistura helicoidal
<b>PT-MC</b>	Ponta de automistura tecnologia T-mixer
<b>PT-AF</b>	Ponta de automistura tecnologia T-mixer associada a cânula intraoral metálica
<b>PH-MIO</b>	Ponta de automistura helicoidal associada a uma cânula intraoral plástica
<b>PT-MIO</b>	Ponta de automistura tecnologia T-mixer associada a uma cânula intraoral plástica
<b>Manual</b>	Mistura manual

Fonte: A autora.

Para os espécimes que foram confeccionados utilizando-se um dos dispositivos de automistura descritos na Tabela 2, a ponta foi acoplada à seringa dupla contendo os dois componentes do cimento resinoso dual, e então um volume de material compatível com o volume necessário para a confecção do disco foi dispensado dentro do diâmetro da matriz. Para os espécimes que foram confeccionados utilizando-se o cimento resinoso misturado manualmente, este foi dispensado no bloco de papel considerando-se um volume de cimento resinoso compatível com o volume necessário para a confecção dos discos. A mistura manual foi realizada utilizando uma espátula metálica flexível e ocorreu durante 30 segundos, de acordo com as recomendações do fabricante, sendo 15 segundos no sentido horário e 15 segundos no sentido horário através de movimentos circulares; e então o cimento foi inserido na matriz. Uma lâmina de microscópio com tira de poliéster aderida foi pressionada sobre a matriz contendo o cimento manipulado. O sistema matriz/cimento/lâmina foi fotopolimerizado durante 40 segundos ( $1500 \text{ mW/cm}^2$ , Radium-cal, SDI), sendo 10 segundos em cada quadrante da circunferência. A face do disco diretamente polimerizada (que ficou em contato direto com a saída de luz do fotopolimerizador) foi marcada com caneta piloto.

Dos 180 corpos-de-prova, 120 foram armazenados durante 24 horas em uma estufa a 37°C, enquanto os outros 60 discos foram armazenados em água destilada sob as mesmas condições durante 30 dias.

O teste de resistência à flexão biaxial foi realizado com uma taxa de carregamento de 0,5 mm/min em um dispositivo do tipo “pistão sobre três bolas”, cuja base apresenta esferas de aço de 2,5 mm de diâmetro dispostas em um círculo com 10 mm de diâmetro e uma angulação de 120°. O dispositivo foi posicionado em uma máquina de ensaios universal (Instron 4501, Instron Corp., Canton, MA) com os corpos-de-prova centralizados sobre as esferas, sendo que a face diretamente polimerizada ficou voltada para o pistão. A carga foi aplicada no centro do disco com um pistão de ponta plana e 1,2 mm de diâmetro e então calculado a resistência à flexão (em MPa) utilizando as seguintes equações:

$$\sigma_{BI} = -0,2387 P (X-Y) / b^2$$

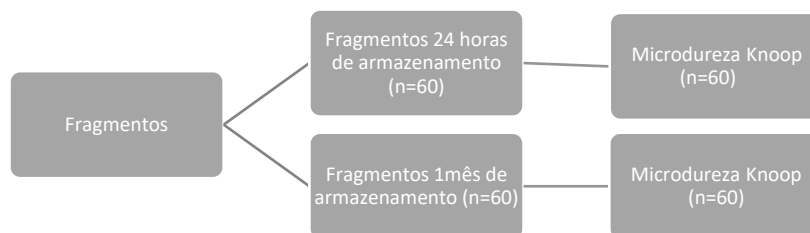
$$X = (1+\nu) \ln (r_2/r_3)^2 + [(1-\nu)/2](r_2/r_3)^2$$

$$Y = (1+\nu)[1+\ln(r_1/r_3)^2]+(1-\nu)(r_1/r_3)^2,$$

onde, P é a carga máxima de fratura (em N); b é a espessura do disco (em mm);  $\nu$  é o coeficiente de Poisson;  $r_1$  é o raio do círculo em que estão posicionadas as esferas de aço (5,0 mm);  $r_2$  é o raio da ponta do pistão ou da área de aplicação da carga (0,6 mm);  $r_3$  é o raio do disco (em mm). O coeficiente de Poisson adotado foi de 0,24.

Os fragmentos obtidos após o teste de resistência à flexão biaxial foram aleatoriamente selecionados conforme a Figure 2: 10 fragmentos de cada grupo experimental oriundos dos espécimes armazenados durante 24 horas e 1 mês. Os fragmentos foram incluídos em tubos de PVC contendo resina acrílica e então passaram pela etapa de polimento em uma politriz semi-automática (Ecomet II, Buehler) utilizando a seguinte sequência de lixas: 400, 600, 1200 e 4000. A microdureza foi mensurada em um microdurômetro (modelo HMV-2/2 T, Shimadzu Corporation, Tóquio, Japão), utilizando um endentador Knoop com carga de 50 gramas durante 15 segundos. Para cada espécime, o valor da microdureza Knoop foi obtido a partir da média de 10 endentações, com uma distância de no mínimo 200  $\mu\text{m}$  entre cada uma.

Figura 2 - Desenho esquemático da divisão dos fragmentos de cimento resinoso obtidos após o ensaio de resistência à flexão para a realização do ensaio de Microdureza Knoop.



Fonte: A autora.

#### 2.2.2.2 Grau de Conversão

O grau de conversão foi determinado por meio de espectroscopia próxima do infravermelho (NIR, Vertex 70, Bruker Optik; Ettlingen, Germany) onde espectros com 32 scans e  $4\text{ cm}^{-1}$  de resolução foram obtidos. Para isso, espécimes em forma de disco ( $7 \times 1\text{ mm}$ ,  $n=3$ ) foram confeccionados utilizando uma matriz de silicone (24). O cimento resinoso manipulado de acordo com cada metodologia testada (Tabela 2) foi aplicado dentro de cada molde e então pressionado entre duas lâminas de vidro para microscópio. Os corpos-de-prova foram levados ao espectrofotômetro para a obtenção do primeiro espectro da amostra não fotopolimerizada. Em seguida, os espécimes foram fotopolimerizados durante 20 segundos ( $1500\text{ mW/cm}^2$ , Radium-cal, SDI).

Devido ao componente dual do cimento, a análise do grau de conversão foi realizada imediatamente, após 1 hora, 24 horas, 48 horas, 7 dias e 14 dias da confecção dos espécimes. Durante os intervalos de medição, os corpos-de-prova foram armazenados em estufa a  $37^\circ\text{C}$ . O grau de conversão é determinado a partir da razão entre a porção polimerizada e a porção não polimerizada da banda de absorção que está localizada no  $6165\text{ cm}^{-1}$ . Os dados obtidos foram inseridos na fórmula abaixo para a determinação do grau de conversão:

$$GC = \left(1 - \frac{\text{polimerizado}}{\text{n\~{a}o} - \text{polimerizado}}\right) \times 100$$

### 2.2.2.3 pH

. Espécimes em forma de discos (6 x 2 mm, n=6) (25) foram confeccionados para cada grupo experimental (Tabela 2) a partir de um molde de silicone. Cada espécime foi imerso individualmente em frascos contendo 10 ml de água destilada (pH=6). O pH foi mensurado em tempo real através de um medidor de pH durante os seguintes intervalos de tempo: 5 min, 15 min, 1h, 24h e 48 h após a imersão.

### 2.2.2.4 Sorção e solubilidade

Espécimes em forma de disco (5 x 1 mm, n=6) (26) foram confeccionados utilizando uma matriz de teflon segundo a norma ISO 4049. Após a confecção dos discos, os mesmos foram armazenados em uma caixa livre de luz a 23°C durante 1 hora e, posteriormente, foram colocados em um dissecador com sílica gel durante 24 horas em uma estufa a 37°C. Em seguida, os espécimes foram pesados em uma balança analítica (Adventurer, Ohaus, Parsippany, NJ, USA) até que se obtivesse uma massa constante, correspondente ao valor m1 nas fórmulas abaixo. A espessura e o diâmetro de cada espécime foram mensurados com um paquímetro digital (Mitutoyo, EUA) em quatro pontos equidistantes e posteriormente calculado o valor médio cada espécime para que posteriormente fosse calculado o volume (V). Em seguida, cada corpo-de-prova foi colocado em um tubo de centrífuga contendo 1,5 ml de água destilada e armazenado na estufa sob as mesmas condições de temperatura durante 7 dias. Após este tempo de armazenamento, os espécimes foram lavados com água

destilada, secos com papel absorvente e pesados na balança analítica até que atingissem uma massa constante, correspondente a  $m_2$  na equação da sorção. Posteriormente foram armazenados em um dessecador, como descrito anteriormente e pesados até que se atingissem o valor de massa constante, correspondente a  $m_3$  na equação de solubilidade (27).

Após a obtenção dos valores de  $m_1$ ,  $m_2$ ,  $m_3$  e do volume dos espécimes, os resultados foram aplicados nas seguintes equações estabelecidas pela literatura:

- Equação Sorção:

$$\%W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

- Equação Solubilidade:

$$\%W_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

#### 2.2.2.5 Economia de material

Segundo Anusavice et al., a quantidade necessária de cimento para a cimentação de uma coroa total corresponde a aproximadamente metade do volume interno da coroa (28). Para este cálculo, um preparo para coroa total foi confeccionado em um dente de manequim representativo de um primeiro molar inferior. O preparo troquelizado foi escaneado para obtenção da imagem virtual no software do sistema Cerec (inLab Software, Version 2.9) e posterior confecção da coroa correspondente. A coroa foi usinada a partir de um bloco de silicato de lítio reforçado por zircônia (Suprinity, Vita Zahnfabrik) e cristalizada em um forno (Kerampress) por 840°C durante 7 minutos.

A coroa produzida foi pesada em uma balança analítica (Adventurer, Ohaus, Parsippany, NJ, USA). Em seguida, metade do volume e as margens da coroa foram preenchidas com o cimento resinoso manipulado com a ponta misturadora PH e esse

conjunto foi pesado na balança. O valor em peso (gramas) de cimento necessário para a cimentação da coroa (Md) foi obtido através da diferença entre o peso da coroa preenchida com cimento e o peso inicial da coroa. Md corresponde a 0,34g.

Para realizar o cálculo de desperdício de material (n=10) no caso das estratégias de automistura, as pontas misturadoras foram pesadas previamente e após sua utilização a sua utilização (dispensação de Md). O cálculo de desperdício de material (DM) foi feito de acordo com a fórmula abaixo:

$$DM = \frac{[(Mpf - Mpi) \times 100]}{[(Mpf - Mpi) + Md]}$$

onde, Mpf é a massa da ponta misturadora ao final do processo de automistura (com material em seu interior), Mpi é a massa inicial da ponta misturadora antes do procedimento (sem material em seu interior) e Md é a massa do material que foi misturado e efetivamente utilizado (0,34 g)

#### 2.2.2.6 Análise da porosidade

Para avaliação da porosidade, películas de proporções 10 mm x 25 mm x 100 µm foram confeccionadas para cada um dos seis grupos experimentais. O molde da película foi confeccionado da seguinte forma: duas tiras de fita adesiva (cuja espessura de cada uma era 50 µm), precisamente sobrepostas, foram aplicadas sobre a extremidade de uma lâmina de microscópio. Seguido por uma distância de 10 mm, foram posicionadas mais duas fitas adesivas sobrepostas, confeccionando dessa forma o formato retangular da película.

O cimento foi manipulado de acordo com cada método/tecnologia de mistura e então o material foi aplicado sobre o molde da película. Uma lâmina de vidro foi aplicada sobre o sistema para o assentamento do material. Em seguida o material foi fotopolimerizado durante 20 segundos com uma potência de 1500 mW/cm<sup>2</sup> (Radii-cal, SDI).



A lâmina de microscópio que foi utilizada para assentar o material foi cuidadosamente removida para que a película não fraturasse. O excesso de material foi removido com o auxílio de uma lâmina de bisturi número 11, e por fim, a película foi removida com o mesmo instrumento.

As películas foram levadas ao microdurômetro (modelo HMV-2/2 T, Shimadzu Corporation, Tóquio, Japão), o qual possui lentes de microscopia acopladas, e imagens representativas da área da película foram obtidas utilizando uma lente objetiva de 10 x de aumento.

#### 2.2.2.7 Análise estatística

Os dados obtidos foram submetidos à estatística descritiva (médias, desvio-padrão e coeficiente de variação). Os dados obtidos para os parâmetros resistência à flexão após 24 horas e 1 mês de armazenamento, microdureza Knoop após 24 horas e 1 mês de armazenamento, pH e grau de conversão foram analisados por análise de variância (ANOVA) de 2 fatores e teste Tukey para contraste das médias. Já os resultados obtidos para os parâmetros economia de material, sorção e solubilidade foram submetidos ao teste de Kruskal-Wallis e teste Tukey para contraste das médias. Para todos os fatores foi adotado nível global de significância de 5%.

## 2.3 RESULTADOS

### 2.3.1 Resistência à flexão Biaxial (RFB)

A Tabela 3 e a Figura 3 apresentam os valores médios de resistência à flexão biaxial, em MPa, após 24 horas e 1 mês de armazenamento seguidos pelos respectivos desvios-padrão e pelo número de fragmentos obtidos após o ensaio para cada grupo avaliado.

Para os espécimes que foram armazenados durante o período de 24 horas, observa-se que não houve diferença significativa entre as médias obtidas para cada

tecnologia/método de mistura testado. Além disso, todos os espécimes desses grupos apresentaram um padrão de fratura que resultou em 2 ou 3 fragmentos.

Os resultados de resistência obtidos para os espécimes armazenados por 1 mês também não foram afetados significativamente pelo método/tecnologia de mistura. Contudo, o padrão de fratura desses espécimes foi diferente daquele observado nos espécimes armazenados por 24 horas. Os grupos armazenados por 1 mês apresentaram espécimes fraturados em apenas 2 pedaços. A única exceção foi um espécime do grupo de automistura com ponta helicoidal (PH) que não se fragmentou após o ensaio. A trinca desse espécime foi detectada pela máquina de ensaios universal antes de haver a separação dos pedaços, o que levou à paralização do ensaio de resistência.

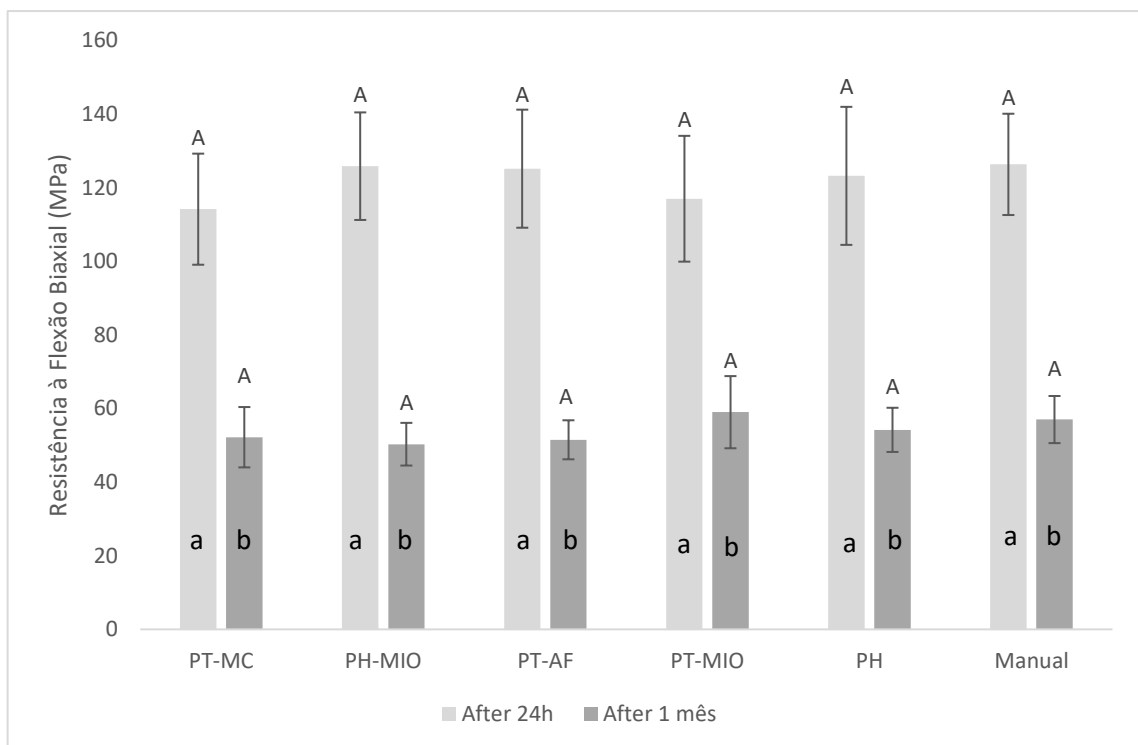
Apesar do método/tecnologia de mistura não ter influenciado nas médias de resistência à flexão, considerando-se cada tempo avaliado separadamente, o fator tempo teve influência significativa nestes valores, visto que todos os métodos/tecnologia de mistura apresentaram redução nas médias de resistência à flexão após o envelhecimento artificial. A ponta de automistura com tecnologia T-mixer associada a uma ponta intraoral (PT-MIO) apresentou a menor redução da resistência após o armazenamento (50%). A mistura manual e todas as demais tecnologias de automistura apresentaram maiores porcentagens de redução da resistência (54 a 60%).

Tabela 3 - Valores médios de Resistência à Flexão Biaxial (MPa) dos grupos avaliados após 24 horas e 1 mês de armazenamento, seguido pelos respectivos desvios-padrão ( $\pm$ ), medianas do número de pedaços gerados após o teste e a porcentagem de redução das médias de resistência após 1 mês comparado às médias de 24 horas, para cada grupo: cada grupo: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Valores seguidos da mesma letra maiúscula indicam semelhança estatística entre os grupos experimentais para o mesmo tempo de armazenamento. Valores seguidos da mesma letra minúscula indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de armazenamento para o mesmo grupo experimental.

Grupo Experimental	RFB após 24h (MPa)	Mediana nº pedaços	RFB após 1 mês (MPa)	Mediana nº pedaços	% redução de RFB
<b>PH</b>	123,2 $\pm$ 15,1 <sup>Aa</sup>	3,0	54,2 $\pm$ 6,0 <sup>Bb</sup>	2,0	56
<b>PT-MC</b>	114,2 $\pm$ 14,6 <sup>Aa</sup>	2,0	52,2 $\pm$ 8,2 <sup>Bb</sup>	2,0	54
<b>PT-MIO</b>	117,0 $\pm$ 16,0 <sup>Aa</sup>	2,0	59,0 $\pm$ 9,8 <sup>Bb</sup>	2,0	50
<b>PT-AF</b>	125,2 $\pm$ 17,1 <sup>Aa</sup>	2,5	51,5 $\pm$ 5,3 <sup>Bb</sup>	2,0	59
<b>PH-MIO</b>	125,8 $\pm$ 18,8 <sup>Aa</sup>	2,0	50,3 $\pm$ 5,8 <sup>Bb</sup>	2,0	60
<b>Manual</b>	126,3 $\pm$ 13,8 <sup>Aa</sup>	3,0	57,0 $\pm$ 6,4 <sup>Bb</sup>	2,0	55

Fonte: A autora.

Figura 3 - Valores médios de resistência à flexão biaxial (RFB) em MPa e desvios-padrão ( $\pm$ ) após 24 horas e 1 mês de armazenamento para cada grupo: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Letras maiúsculas similares indicam a semelhança estatística entre os grupos experimentais (método/tecnologia de mistura) para o mesmo tempo de armazenamento avaliado. Letras minúsculas similares indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de armazenamento para o mesmo grupo experimental avaliado.



Fonte: A autora.

### 2.3.2 Microdureza Knoop (MK)

A Tabela 4 e a Figura 4 apresentam os valores médios de microdureza Knoop (MK) em função do tempo de armazenamento para os grupos experimentais avaliados, seguidos pelos respectivos desvios-padrão e porcentagens de redução das médias após o armazenamento de 1 mês.

Observa-se que, para o tempo de 24 horas, houve efeito significativo do método/tecnologia de mistura nos valores médios de microdureza Knoop. O grupo no qual foi utilizada a tecnologia helicoidal associada à cânula intraoral plástica (PH-MIO)

produziu o maior valor médio de dureza. Este valor foi semelhante ao do grupo no qual foi usada a ponta de automistura T-mixer com a cânula intraoral plástica (PT-MIO). Este último, por sua vez, apresentou média semelhante à do grupo em que foi usada a ponta com tecnologia T-mixer sem ponta intraoral plástica acessória (PT-MC). Os grupos nos quais foi utilizada tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral metálica e a ponta helicoidal (PT-AF e PH, respectivamente) apresentaram valores de dureza intermediários e estatisticamente semelhante entre si. Por fim, o grupo manual apresentou média de microdureza Knoop significativamente menor do que os valores medidos para os outros grupos, com exceção do grupo PH, em relação ao qual a média do grupo manual foi semelhante.

Após o armazenamento de 1 mês, observa-se que os grupos nos quais foram utilizadas as pontas de automistura com tecnologia T-mixer com cânula intraoral plástica (PT-MIO) e a ponta de automistura helicoidal com cânula intraoral plástica (PH-MIO) continuaram a apresentar os maiores valores de dureza, os quais foram estatisticamente semelhantes entre si; sendo que o último apresentou média estatisticamente semelhante à média obtida pelo grupo de automistura com tecnologia T-mixer (PT-MC). Dois dos grupos nos quais foi utilizada a tecnologia T-mixer (PT-MC, PT-AF) e o grupo automistura com ponta misturadora helicoidal sem cânula intraoral acessória (PH) apresentaram médias estatisticamente semelhantes entre si após o armazenamento. O grupo em que os espécimes foram manipulados manualmente continuou apresentando o menor valor médio de dureza, entretanto esse valor só foi estatisticamente inferior aos valores dos grupos PH-MIO e PT-MIO.

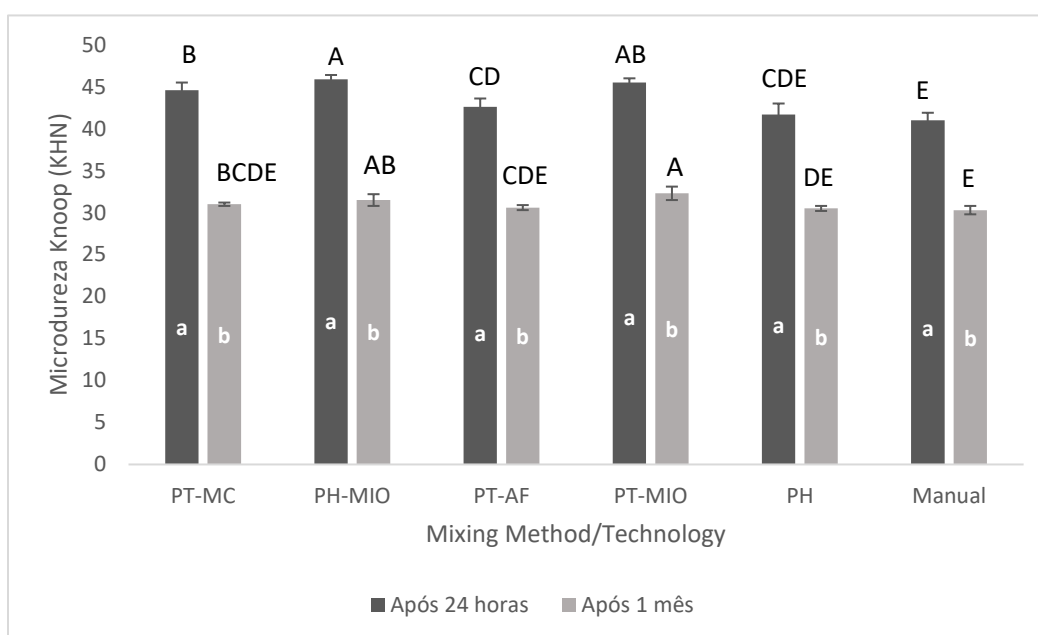
Todos os grupos apresentaram uma redução estatisticamente significativa em torno de 30% dos valores médios de dureza após o armazenamento por 1 mês, evidenciando que nenhum método/tecnologia foi capaz de promover a estabilidade da dureza do cimento a longo prazo. Este achado não era esperado para os grupos que utilizaram dispositivos de automistura.

Tabela 4 - Valores médios de Microdureza Knoop (KHN) após 24 horas e 1 mês de armazenamento, seguido pelos respectivos desvios-padrão ( $\pm$ ) para cada grupo: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal ); Manual (mistura manual). Valores seguidos da mesma letra maiúscula indicam semelhança entre os grupos experimentais para o mesmo tempo de armazenamento. Valores seguidos da mesma letra minúscula indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de armazenamento para o mesmo grupo experimental.

GRUPO	MK após 24 horas	MK após 1 mês	% de redução MK
<b>PT-MC</b>	44,6 $\pm$ 0,9 <sup>Ba</sup>	31,0 $\pm$ 2,6 <sup>BCDEb</sup>	33
<b>PH-MIO</b>	45,9 $\pm$ 0,5 <sup>Aa</sup>	31,6 $\pm$ 2,7 <sup>ABb</sup>	31
<b>PT-AF</b>	42,6 $\pm$ 1,0 <sup>BCDa</sup>	31,0 $\pm$ 2,9 <sup>CDEb</sup>	28
<b>PT-MIO</b>	45,5 $\pm$ 0,6 <sup>ABa</sup>	32,3 $\pm$ 0,7 <sup>Ab</sup>	29
<b>PH</b>	41,7 $\pm$ 1,3 <sup>CDEa</sup>	30,5 $\pm$ 1,8 <sup>DEb</sup>	27
<b>Manual</b>	41,0 $\pm$ 0,9 <sup>Ea</sup>	30,4 $\pm$ 5,1 <sup>Eb</sup>	26

Fonte: A autora.

Figura 4 - Valores médios de microdureza Knoop (MK) em KHN e desvios-padrão após 1 mês de armazenamento com polimento e após 1 mês de armazenamento com polimento para cada grupo: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal ); Manual (mistura manual). Letras maiúsculas similares indicam a semelhança estatística entre os grupos experimentais (método/tecnologia de mistura) para o mesmo tempo de armazenamento avaliado. Letras minúsculas similares indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de armazenamento para o mesmo grupo experimental avaliado.



Fonte: A autora.

### 2.3.3 Grau de Conversão (GC)

A Tabela 5 e a Figura 5 apresentam as médias e desvios-padrão para o parâmetro grau de conversão, em porcentagem, para os grupos experimentais avaliados em função do tempo.

Ao comparar os grupos experimentais dentro de cada tempo de medição isoladamente (imediate, 1 hora, 24 horas, 48 horas, 7 e 14 dias), é possível notar que houve diferença significativa entre os graus de conversão dos métodos/tecnologias de mistura avaliados apenas para o tempo de avaliação imediata. Neste tempo de medição, o grupo no qual foi utilizada a ponta com geometria helicoidal associada à ponta intraoral plástica (PH-MIO) apresentou o maior valor médio de grau de conversão, contudo este valor foi semelhante às médias obtidas por dois dos três grupos que em que foi utilizada a tecnologia T-mixer, um sem a ponta intraoral acessória e o outro com a cânula intraoral metálica acoplada (PT-MC e PT-AF, respectivamente) e pelo grupo onde o cimento foi manipulado manualmente (Manual). Estas três médias foram semelhantes à média obtida pelo grupo em que se utilizou a tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral plástica (PT-MIO) que, por sua vez foi estatisticamente semelhante ao valor médio de grau de conversão obtido pelo grupo no qual a ponta com geometria helicoidal (PH) foi utilizada. Apesar desse grupo (PH) apresentar o menor grau de conversão para o tempo de avaliação imediata, este valor só foi diferente da média obtida pelo grupo em que se utilizou a ponta com tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral metálica (PT-AF) e da média do grupo no qual foi utilizada a ponta helicoidal com a ponta intraoral plástica (PH-MIO).

A evolução do grau de conversão em função do tempo foi distinta para os grupos experimentais avaliados. Para os grupos em que foi usada a tecnologia T-Mixer (PT-AF, PT-MIO) e para a mistura manual (Manual) apenas o valor do tempo de medição imediata de cada grupo foi diferente dos valores de grau de conversão obtidos para os demais tempos avaliados (após 1 hora, após 24 e 48 horas, após 7 e 14 dias), os quais foram estatisticamente semelhantes. Para os grupos PT-MC e PH-MIO, o valor de grau de conversão imediata foi significativamente menor que o de 1 hora, e este foi significativamente menor que o valor medido após 7 e 14 dias, contudo



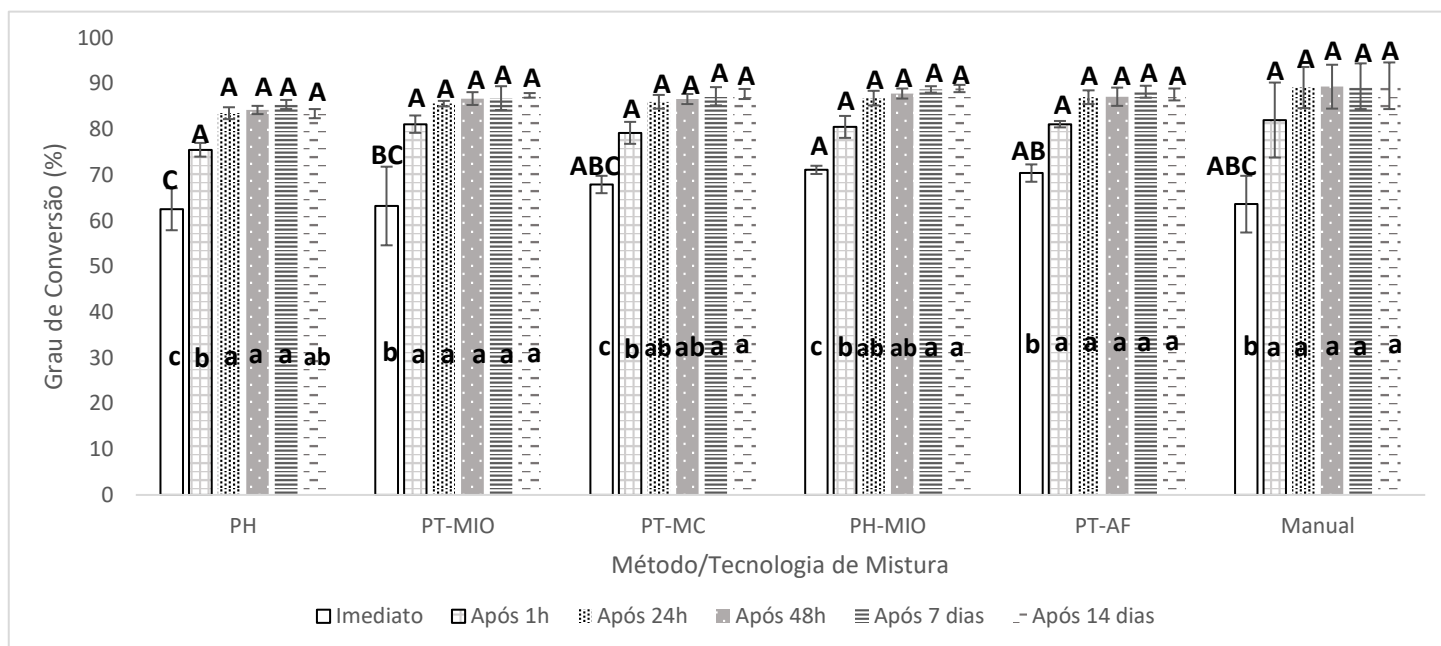
a partir do tempo de 24 horas, os valores de grau de conversão foram semelhantes até o tempo final de 14 dias. Já para o grupo no qual a ponta helicoidal (PH) foi utilizada, o valor de grau de conversão imediato foi significativamente menor que o de 1 hora, e este foi significativamente menor que os valores obtidos após 24 horas, 48 horas e 7 dias, sendo que estes três últimos foram semelhantes entre si e semelhantes ao valor de grau de conversão medido após 14 dias.

Tabela 5 - Valores médios do grau de conversão (GC) em % dos espécimes, seguido pelos respectivos desvios-padrão ( $\pm$ ) para cada grupo: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal ); Manual (mistura manual).. Valores seguidos da mesma letra maiúscula indicam semelhança entre os grupos experimentais para o mesmo tempo de armazenamento. Valores seguidos da mesma letra minúscula indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de armazenamento para o mesmo grupo experimental.

Método de Mistura	Imediato	1 hora	24 horas	48 horas	7 dias	14 dias
<b>PH</b>	62,5 $\pm$ 4,6 <sup>Cc</sup>	75,9 $\pm$ 1,5 <sup>Ab</sup>	83,5 $\pm$ 1,3 <sup>Aa</sup>	84,2 $\pm$ 0,9 <sup>Aa</sup>	85,4 $\pm$ 1,0 <sup>Aa</sup>	83,4 $\pm$ 1,0 <sup>Aab</sup>
<b>PT-MIO</b>	63,2 $\pm$ 8,6 <sup>BCb</sup>	81,1 $\pm$ 1,9 <sup>Aa</sup>	85,6 $\pm$ 0,6 <sup>Aa</sup>	86,7 $\pm$ 1,4 <sup>Aa</sup>	86,8 $\pm$ 2,6 <sup>Aa</sup>	87,4 $\pm$ 0,5 <sup>Aa</sup>
<b>PT-MC</b>	67,9 $\pm$ 1,9 <sup>ABCc</sup>	79,2 $\pm$ 2,4 <sup>Ab</sup>	86,0 $\pm$ 1,5 <sup>Aab</sup>	86,6 $\pm$ 1,1 <sup>Aab</sup>	87,2 $\pm$ 2,0 <sup>Aa</sup>	87,7 $\pm$ 1,1 <sup>Aa</sup>
<b>PH-MIO</b>	71,1 $\pm$ 0,9 <sup>Ac</sup>	80,5 $\pm$ 2,4 <sup>Ab</sup>	86,8 $\pm$ 1,6 <sup>Aab</sup>	87,8 $\pm$ 1,1 <sup>Aab</sup>	88,7 $\pm$ 0,7 <sup>Aa</sup>	88,9 $\pm$ 0,8 <sup>Aa</sup>
<b>PT-AF</b>	70,4 $\pm$ 1,9 <sup>ABb</sup>	81,1 $\pm$ 0,7 <sup>Aa</sup>	87,0 $\pm$ 1,5 <sup>Aa</sup>	87,1 $\pm$ 2,0 <sup>Aa</sup>	88,2 $\pm$ 1,3 <sup>Aa</sup>	87,6 $\pm$ 1,3 <sup>Aa</sup>
<b>Manual</b>	63,6 $\pm$ 6,2 <sup>ABCb</sup>	82,0 $\pm$ 8,2 <sup>Aa</sup>	89,1 $\pm$ 4,5 <sup>Aa</sup>	89,3 $\pm$ 4,8 <sup>Aa</sup>	89,4 $\pm$ 5,0 <sup>Aa</sup>	89,5 $\pm$ 5,1 <sup>Aa</sup>

Fonte: A autora.

Figura 5 - Valores médios do grau de conversão (%) e desvios-padrão dos grupos experimentais: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Letras superiores similares indicam a semelhança estatística entre os materiais para o mesmo tempo de avaliação. Letras minúsculas similares indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de avaliação para o mesmo material.



Fonte: A autora.

### 2.3.4 pH

Os valores médios referentes à análise do pH são apresentados na Tabela 6 e na Figura 6, seguidos pelos respectivos desvios-padrão. A análise estatística evidenciou que a interação entre os fatores tempo (5 minutos, 15 minutos, 1 hora, 24 horas e 48 horas) e método/tecnologia de mistura (PH, PT-MC, PT-MIO, PT-AF, PH-MIO e Manual) foi significativa.

Ao comparar os grupos experimentais dentro de cada tempo de medição isoladamente, é possível notar que houve diferença significativa entre os valores de pH dos métodos/tecnologias de mistura em todos os tempos avaliados no estudo.

No tempo de medição 5 minutos, dois dos três grupos em que foi utilizada a tecnologia T-mixer, (PT-AF e PT-MC), a tecnologia helicoidal com cânula intraoral plástica (PH-MIO) acoplada e a mistura manual (Manual) apresentaram os maiores valores de pH semelhantes. O grupo em que foi utilizada a ponta helicoidal (PH) apresentou valor intermediário e significativamente maior que o do grupo em que foi utilizada a tecnologia T-mixer associada a cânula intraoral plástica (PT-MIO).

No tempo de medição 15 minutos, os grupos em que foi utilizada a tecnologia helicoidal associada à cânula intraoral plástica (PH-MIO), a mistura Manual e duas pontas com tecnologia T-mixer (PT-AF e PT-MC) apresentaram os maiores valores de pH, sendo que estes três últimos foram semelhantes à média do grupo PH, que, por sua vez, foi significativamente maior que a do grupo PT-MIO.

No tempo de medição 1 hora, com exceção do grupo em que foi usada a ponta com tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral plástica (PT-MIO) que apresentou o menor valor de pH, os grupos Manual, PH-MIO, PT-MC, PT-AF e PH apresentaram os maiores valores de pH semelhantes entre si.

No tempo de medição 24 horas, os grupos Manual, PT-MC, PH e PH-MIO apresentaram o maior valor médio de pH semelhantes entre si, sendo que estes dois últimos foram semelhantes ao valor do grupo PH, que, por sua vez foi estatisticamente semelhante ao do grupo PT-AF e significativamente maior que o do grupo PT-MIO.

No tempo de medição de 48 horas, o grupo Manual apresentou valor de pH, o qual foi significativamente maior que o dos demais grupos experimentais. Os valores de pH dos grupos PH, PH-MIO e PT-MC foram semelhantes entre si, sendo este último significativamente maior que o do PT-AF, que, por sua vez foi significativamente maior que o do PT-MIO.

A evolução do pH em função do tempo foi distinta para os grupos experimentais avaliados. Observa-se que com exceção do grupo em que foi feita a mistura manual, os demais apresentaram queda progressiva no valor de pH até o tempo de medição 24 horas. O grupo PH apresentou os maiores valores de pH nos tempos de medição 5 minutos, 15 minutos e 48 horas, sendo que estes dois últimos foram semelhantes ao valor do tempo de medição 1 hora e 48 horas.

Para grupo PT-MC os valores de pH nos tempos 5 minuto e 15 minutos foram semelhantes, sendo que este último foi também semelhante às médias de 1 hora, 24 horas e 48 horas.

Para o PT-MIO o valor de pH no tempo de 5 minutos foi significativamente maior que os demais valores. O tempo de 24 horas foi o que apresentou menor valor de pH, mas semelhante aos valores de 48 horas, 1 hora e 15 minutos.

Para o grupo PT-AF, o maior valor de pH foi apresentado no tempo de 5 minutos. Os valores obtidos nos tempos 15 minutos e 1 hora foram estatisticamente semelhantes, sendo este último também semelhante aos valores dos tempos de medição 48 horas, que por sua vez foi semelhante ao valor médio obtido no tempo de 24 horas.

Para o grupo PH-MIO, o maior valor de pH foi apresentado no tempo de 5 minutos. Os tempos 15 minutos e 1 hora foram semelhantes entre si, sendo este último semelhante aos valores de 48 horas e 24 horas

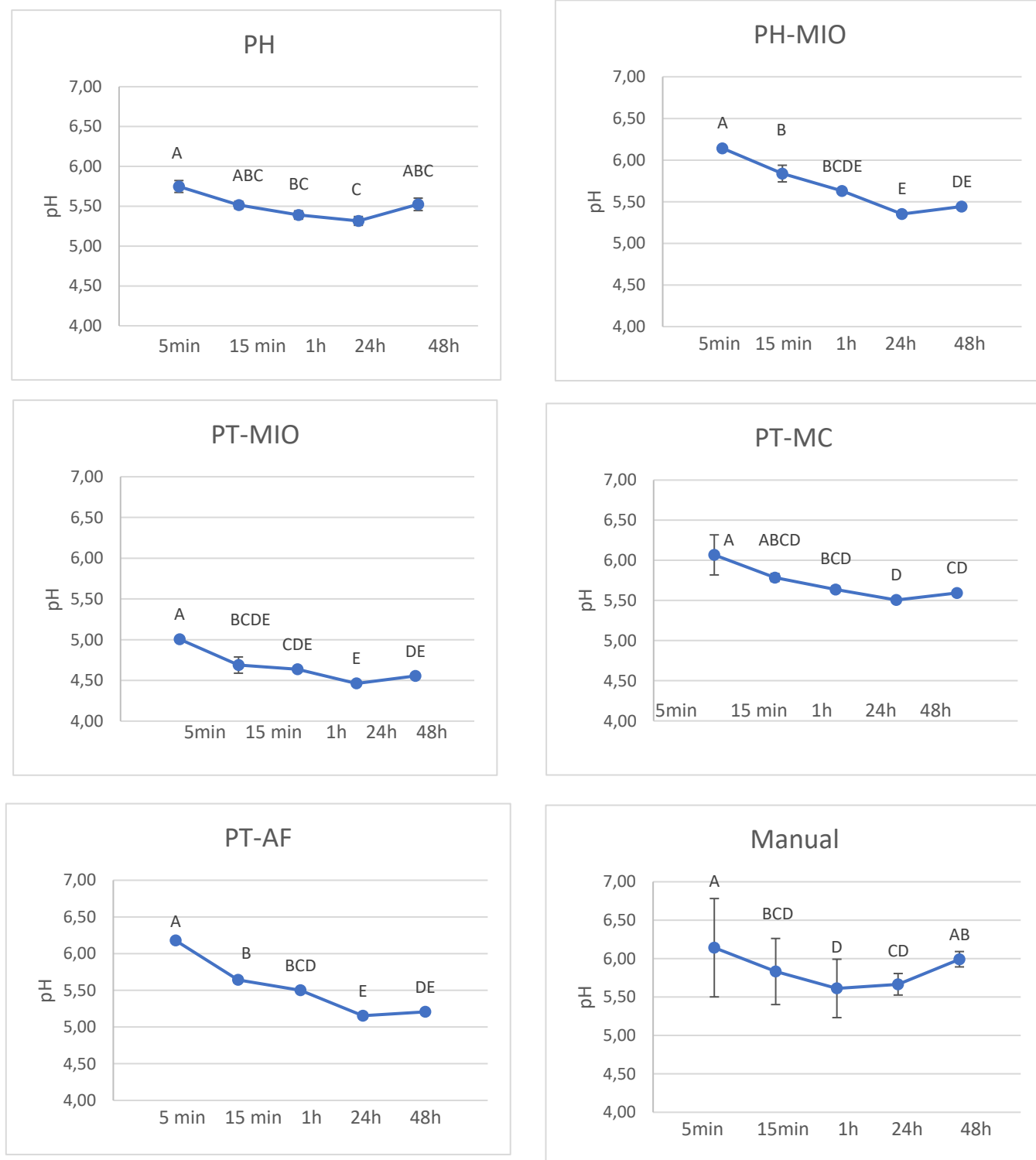
Para o grupo Manual, os maiores valores de pH foram apresentados nos tempos de medição 5 minutos e 48 horas, sendo este último semelhante ao valor de 15 minutos, que por sua vez foi semelhante aos valores dos tempos de medição 1 hora e 24 horas. Diferentemente dos demais, o grupo Manual apresentou o maior desvio-padrão para todos os tempos de medição, o valor foi reduzindo progressivamente até a leitura final de 48 horas, indicando que ao longo do período de avaliação ocorreu a redução na variabilidade entre as amostras, mas que ainda assim permaneceu alta ao final, quando comparado aos outros grupos métodos/tecnologia de mistura.

Tabela 6 - Valores médios de pH após 5 minutos, 15 minutos, 1 hora, 24 horas e 48 horas de armazenamento, seguidos de seus respectivos desvios-padrão ( $\pm$ ) para cada grupo: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Valores seguidos da mesma letra minúscula indicam semelhança estatística entre um mesmo grupo experimental para diferentes tempos de armazenamento. Valores seguidos da mesma letra maiúscula indicam semelhança estatística entre os diferentes grupos experimentais para o mesmo tempo de armazenamento avaliados.

Grupo	5 min	15 min	1 hora	24 horas	48 horas
<b>PH</b>	5,7 $\pm$ 0,07 <sup>Ba</sup>	5,5 $\pm$ 0,05 <sup>Babc</sup>	5,4 $\pm$ 0,05 <sup>Abc</sup>	5,3 $\pm$ 0,06 <sup>BCc</sup>	5,5 $\pm$ 0,08 <sup>BCabc</sup>
<b>PT-MC</b>	6,1 $\pm$ 0,25 <sup>Aa</sup>	5,8 $\pm$ 0,05 <sup>ABabcd</sup>	5,6 $\pm$ 0,04 <sup>Abcd</sup>	5,5 $\pm$ 0,02 <sup>ABd</sup>	5,6 $\pm$ 0,03 <sup>BCDcd</sup>
<b>PT-MIO</b>	5,0 $\pm$ 0,02 <sup>Ca</sup>	4,7 $\pm$ 0,10 <sup>Cbcde</sup>	4,6 $\pm$ 0,03 <sup>Bcde</sup>	4,5 $\pm$ 0,03 <sup>De</sup>	4,5 $\pm$ 0,03 <sup>Fde</sup>
<b>PT-AF</b>	6,2 $\pm$ 0,03 <sup>Aa</sup>	5,6 $\pm$ 0,04 <sup>ABb</sup>	5,5 $\pm$ 0,03 <sup>Abcd</sup>	5,1 $\pm$ 0,04 <sup>Ce</sup>	5,2 $\pm$ 0,02 <sup>Ede</sup>
<b>PH-MIO</b>	6,1 $\pm$ 0,02 <sup>Aa</sup>	5,8 $\pm$ 0,03 <sup>Ab</sup>	5,6 $\pm$ 0,04 <sup>Abcde</sup>	5,3 $\pm$ 0,02 <sup>ABCe</sup>	5,4 $\pm$ 0,04 <sup>BCDEde</sup>
<b>Manual</b>	6,1 $\pm$ 0,64 <sup>Aa</sup>	5,8 $\pm$ 0,43 <sup>Abcd</sup>	5,6 $\pm$ 0,38 <sup>Ad</sup>	5,7 $\pm$ 0,14 <sup>Acd</sup>	6,0 $\pm$ 0,10 <sup>Aab</sup>

Fonte: A autora.

Figura 6 - Valores médios de pH e desvios-padrão ao longo dos tempos de avaliação para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Letras similares indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de avaliação para o mesmo material.



Fonte: A autora.

### 2.3.5 Sorção e Solubilidade

A Tabela 7 e as Figuras 7 e 8 apresentam os valores médios de sorção e solubilidade em  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$  seguido pelos respectivos desvios-padrão. Com relação à sorção, o grupo Manual apresentou o maior valor de sorção em  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ , contudo, este valor foi estatisticamente semelhante às médias dos grupos com tecnologia helicoidal (PH-MIO e PH) e à média do grupo que utilizou a ponta com tecnologia T-mixer associada à ponta intraoral plástica (PT-MIO). O grupo que utilizou a tecnologia T-mixer associada à ponta intraoral metálica (PT-AF) apresentou o menor valor médio de sorção, entretanto este valor foi estatisticamente semelhante às médias dos grupos PT-MIO, PT-MC e PH. Os grupos PH, PT-MC, PT-MIO e PH-MIO apresentaram valores semelhantes entre si.

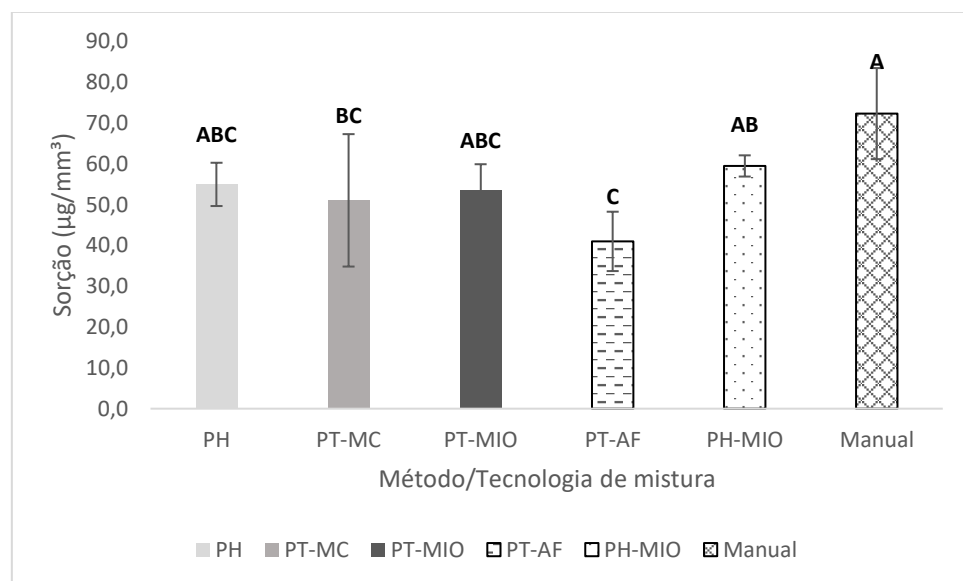
Com relação à solubilidade, o grupo que utilizou a tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral metálica (PT-AF) apresentou o menor valor médio, contudo este foi semelhante às médias dos grupos PT-MC e PH. O grupo Manual apresentou o maior valor médio de solubilidade, entretanto este valor foi semelhante às médias dos grupos PH-MIO, PT-MIO e PH. Os grupos PH, PT-MC e PT-MIO apresentaram médias semelhante entre si.

Tabela 7 - Valores médios de sorção e solubilidade dos grupos ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ), seguido pelos respectivos desvios-padrão ( $\pm$ ) para cada grupo: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual).. Valores seguidos da mesma letra indicam semelhança entre os grupos experimentais para o parâmetro sorção. Valores seguidos da mesma letra indicam semelhança estatística entre os grupos experimentais avaliados para o parâmetro solubilidade.

Grupo	Sorção	Solubilidade
<b>PH</b>	54,9 $\pm$ 5,3 <sup>ABC</sup>	14,7 $\pm$ 1,6 <sup>ABC</sup>
<b>PT-MC</b>	51,0 $\pm$ 16,2 <sup>BC</sup>	7,3 $\pm$ 2,2 <sup>BC</sup>
<b>PT-MIO</b>	53,5 $\pm$ 6,3 <sup>ABC</sup>	23,9 $\pm$ 10,7 <sup>AB</sup>
<b>PT-AF</b>	41,0 $\pm$ 7,3 <sup>C</sup>	4,9 $\pm$ 0,2 <sup>C</sup>
<b>PH-MIO</b>	59,5 $\pm$ 2,6 <sup>AB</sup>	22,7 $\pm$ 2,7 <sup>A</sup>
<b>Manual</b>	72,3 $\pm$ 11,1 <sup>A</sup>	24,1 $\pm$ 1,3 <sup>A</sup>

Fonte: A autora.

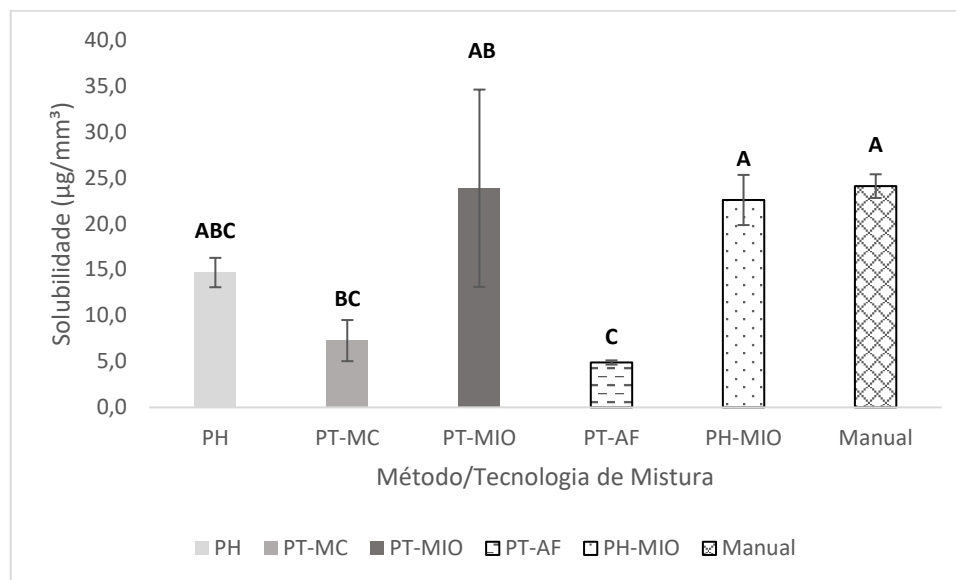
Figura 7: Valores médios de sorção em  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$  para cada grupo: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Letras similares indicam a semelhança estatística entre os grupos.



Fonte: A autora.



Figura 8 -Valores médios de solubilidade em  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$  para cada grupo: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Letras similares indicam a semelhança estatística entre os grupos.



Fonte: A autora.

### 2.3.6 Economia de Material

A Tabela 8 e a Figura 9 apresentam as médias em porcentagem de desperdício de material seguidas pelos respectivos desvios-padrão para cada grupo experimental avaliado.

Com relação à porcentagem de desperdício de material, apesar do grupo que utilizou a tecnologia helicoidal sem ponta acessória (PH) apresentar a maior porcentagem de desperdício de material, esta média foi semelhante à média obtida pelo grupo que utilizou a ponta com geometria helicoidal com ponta intraoral plástica acoplada (PH-MIO) que, por sua vez, foi estatisticamente semelhante à média obtida por dois grupos que utilizaram a tecnologia T-mixer, sendo um deles sem a ponta intraoral e o outro com ponta intraoral plástica acoplada (PT-MC e PT-MIO, respectivamente). O grupo que utilizou a ponta com tecnologia T-mixer associada à

cânula intraoral metálica (PT-AF) apresentou o menor valor médio de desperdício de material, contudo este valor foi semelhante à média obtida por todos os demais grupos que utilizaram a tecnologia T-mixer, grupo ponta de automistura T-mixer associada à ponta intraoral plástica (PT-MIO) e grupo com ponta de automistura T-mixer (PT-MC).

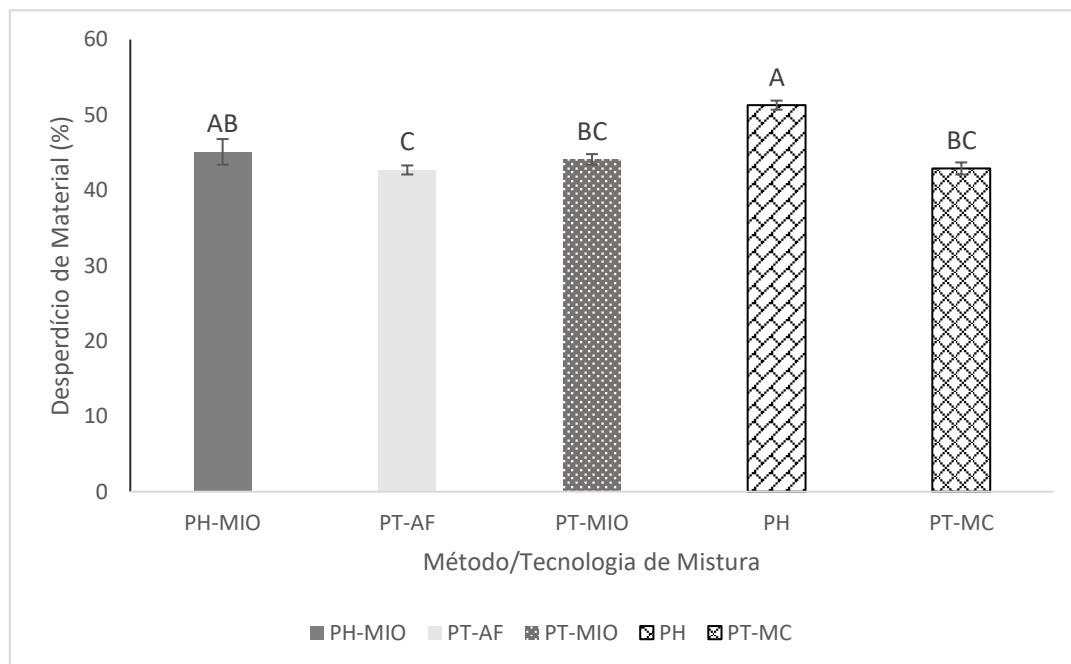
O grupo Manual não foi incluído na análise estatística visto que, apesar de ter sido estabelecida uma padronização para realizar o cálculo de desperdício para este método/tecnologia de mistura, os resultados obtidos para o grupo manual não refletem a variabilidade da mistura manual que ocorre entre diferentes clínicos na prática odontológica.

Tabela 8 - Valores médios de desperdício de material em porcentagem, seguidos de seu respectivos desvios-padrão ( $\pm$ ) para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Valores seguidos da mesma letra maiúscula indicam semelhança estatística os grupos.

Grupo	Desperdício de Material (%)
<b>PH-MIO</b>	45,1 $\pm$ 1,7 <sup>AB</sup>
<b>PT-AF</b>	42,7 $\pm$ 0,6 <sup>C</sup>
<b>PT-MIO</b>	44,1 $\pm$ 0,7 <sup>BC</sup>
<b>PH</b>	51,3 $\pm$ 0,6 <sup>A</sup>
<b>PT-MC</b>	42,9 $\pm$ 0,8 <sup>BC</sup>
<b>Manual</b>	-

Fonte: A autora.

Figura 9 - Valores médios e desvios-padrão do parâmetro desperdício de material para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal ); Manual (mistura manual). Diferenças estatisticamente significantes são indicadas por letras diferentes.



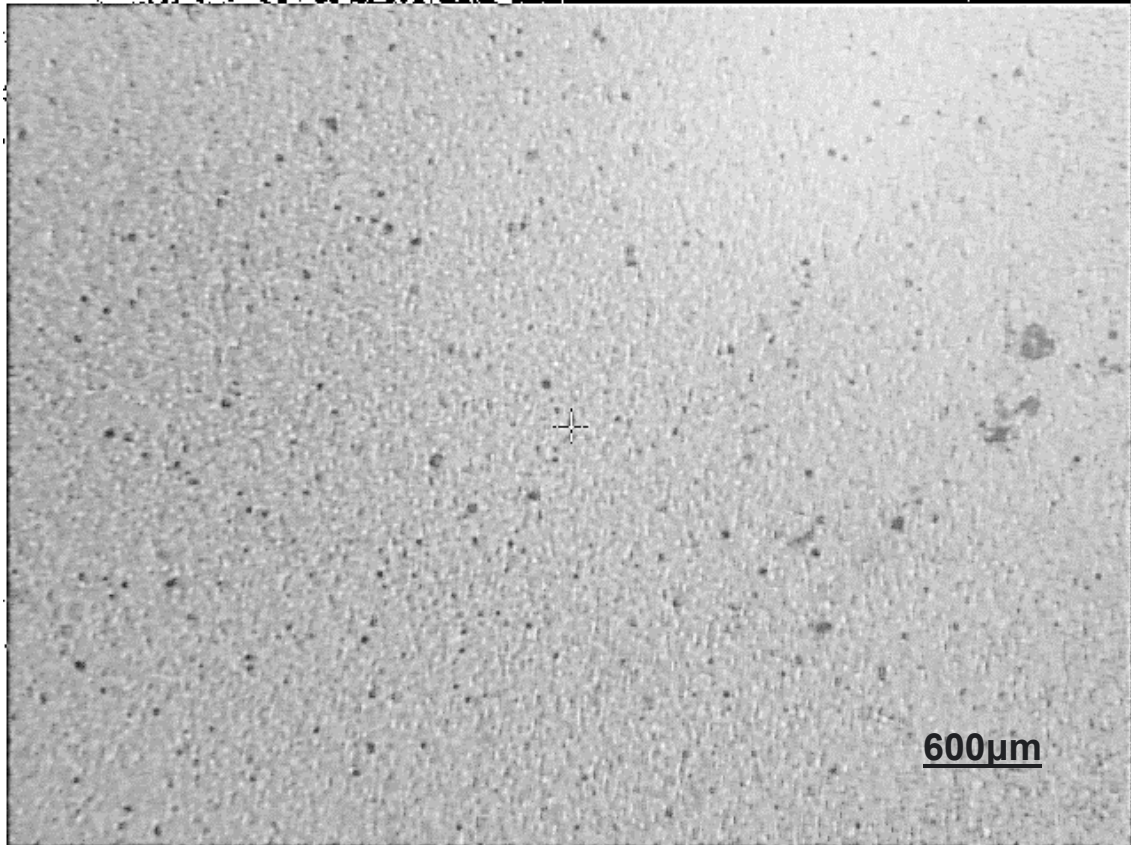
Fonte: A autora.

### 2.3.7 Análise da porosidade

A Figura 10 apresenta uma análise descritiva com imagens realizadas em um microdurômetro com câmera acoplada e que são representativas da superfície de películas de cada grupo experimental avaliado. As imagens apresentam diferentes regiões de cada película a fim de indicar a presença de poros e a forma de distribuição. Contudo, pode-se observar que mesmo com o uso dos dispositivos de automistura, ainda é possível detectar a presença de uma grande quantidade de poros distribuídos na superfície. No caso do grupo mistura manual, observa-se a presença de poros de maior diâmetro em relação aos outros grupos.

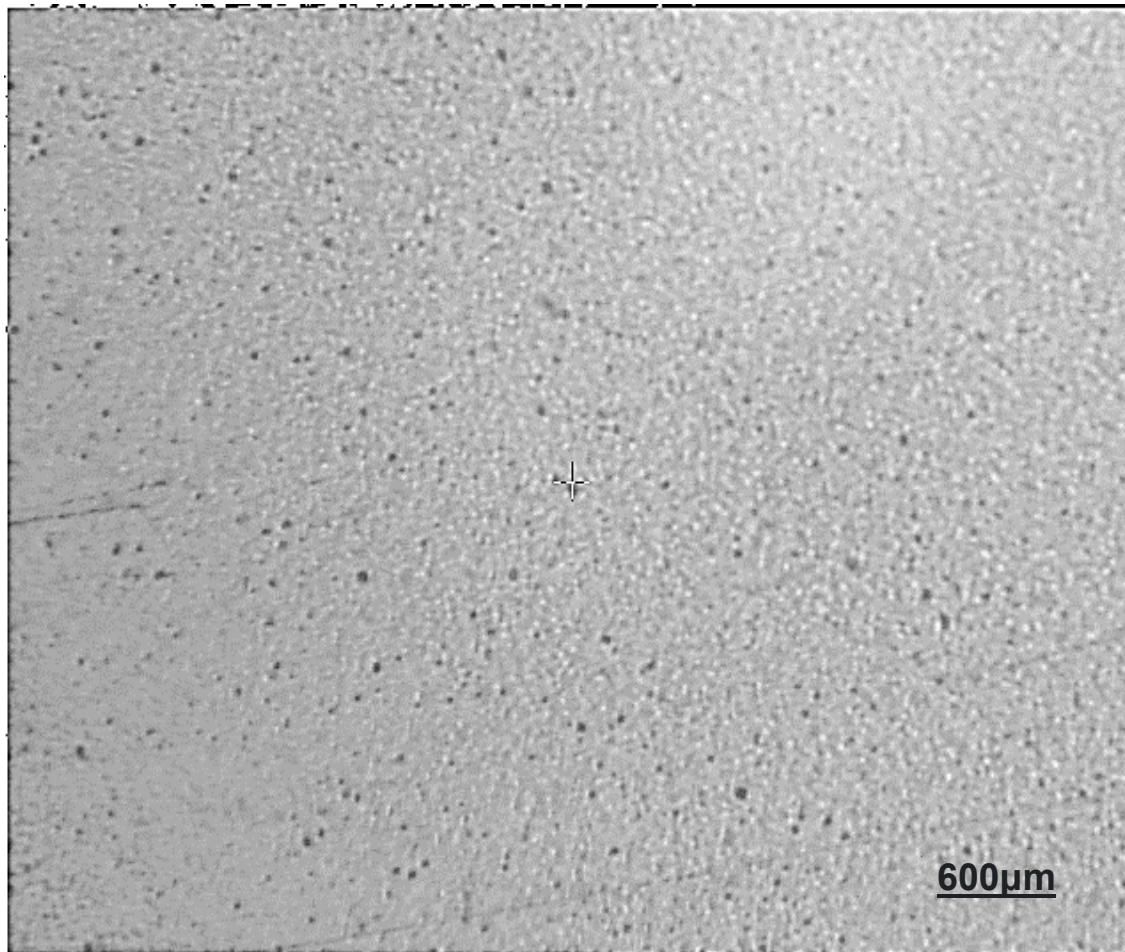
Figura 10 - Imagens da superfície de películas de cada grupo experimental: a) PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); b) PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); c) PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); d) PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); e) PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); e) Manual (mistura manual). As imagens foram feitas por análise fractográfica em Microdurômetro com microscópio acoplado.

a) PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica.



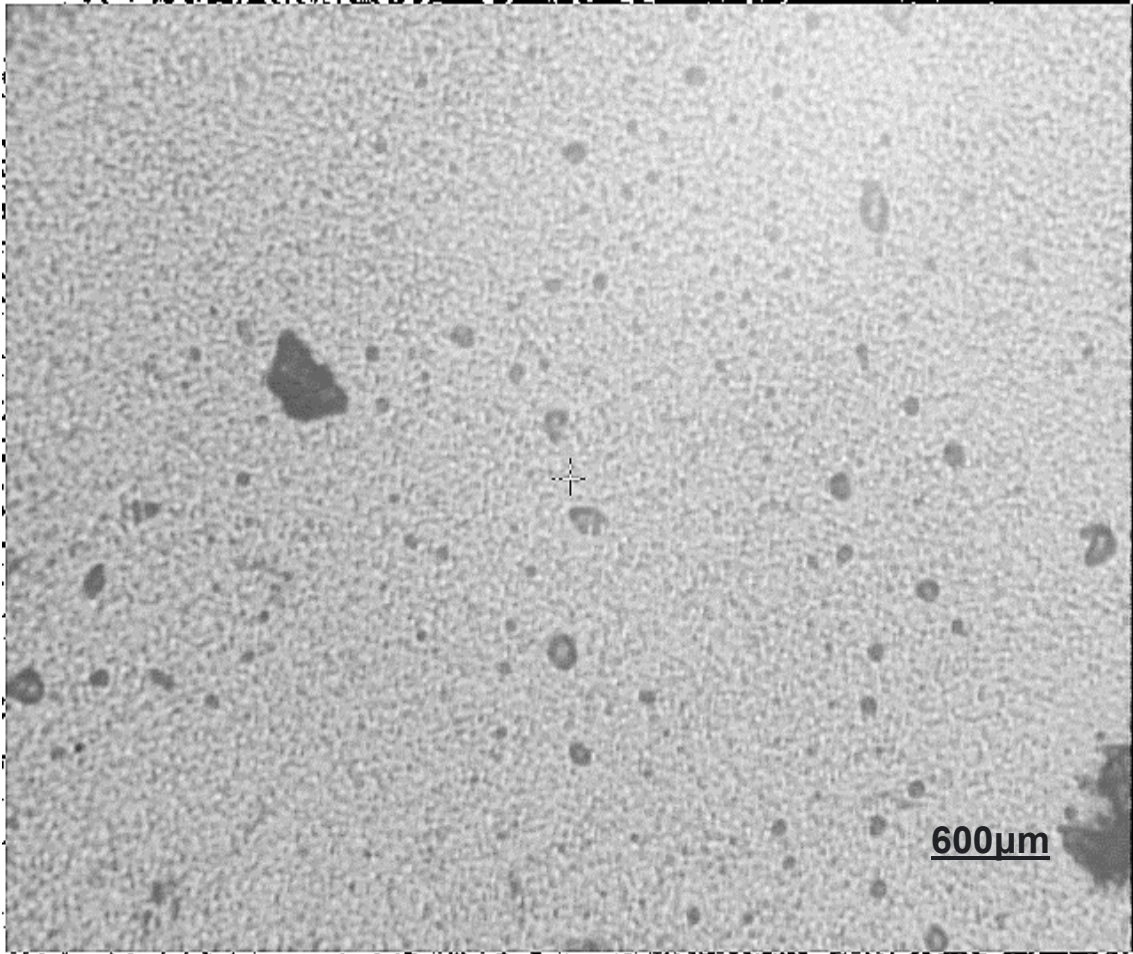
Fonte: A autora.

b) PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer).



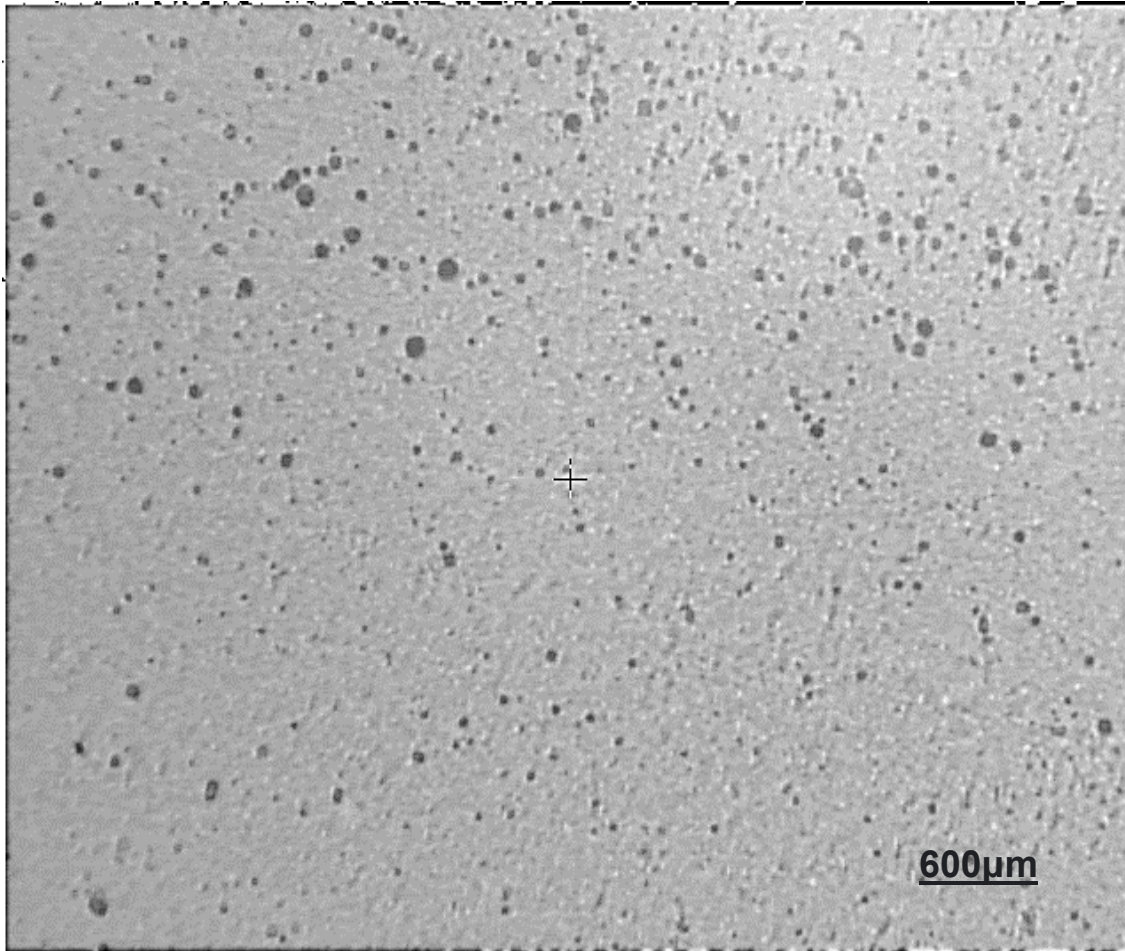
Fonte: A autora.

c) PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica)



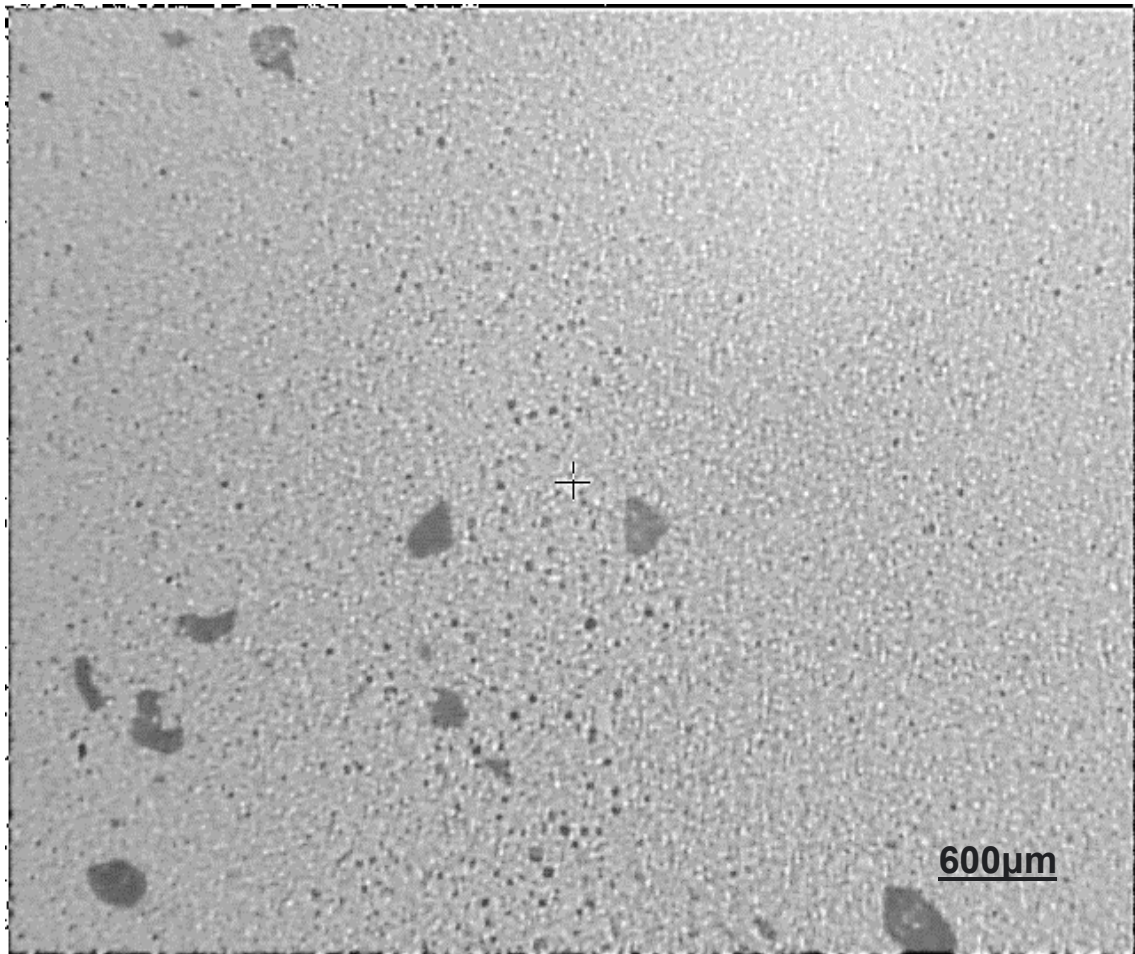
Fonte: A autora

d) PH (automistura com ponta misturadora helicoidal).



Fonte: A autora

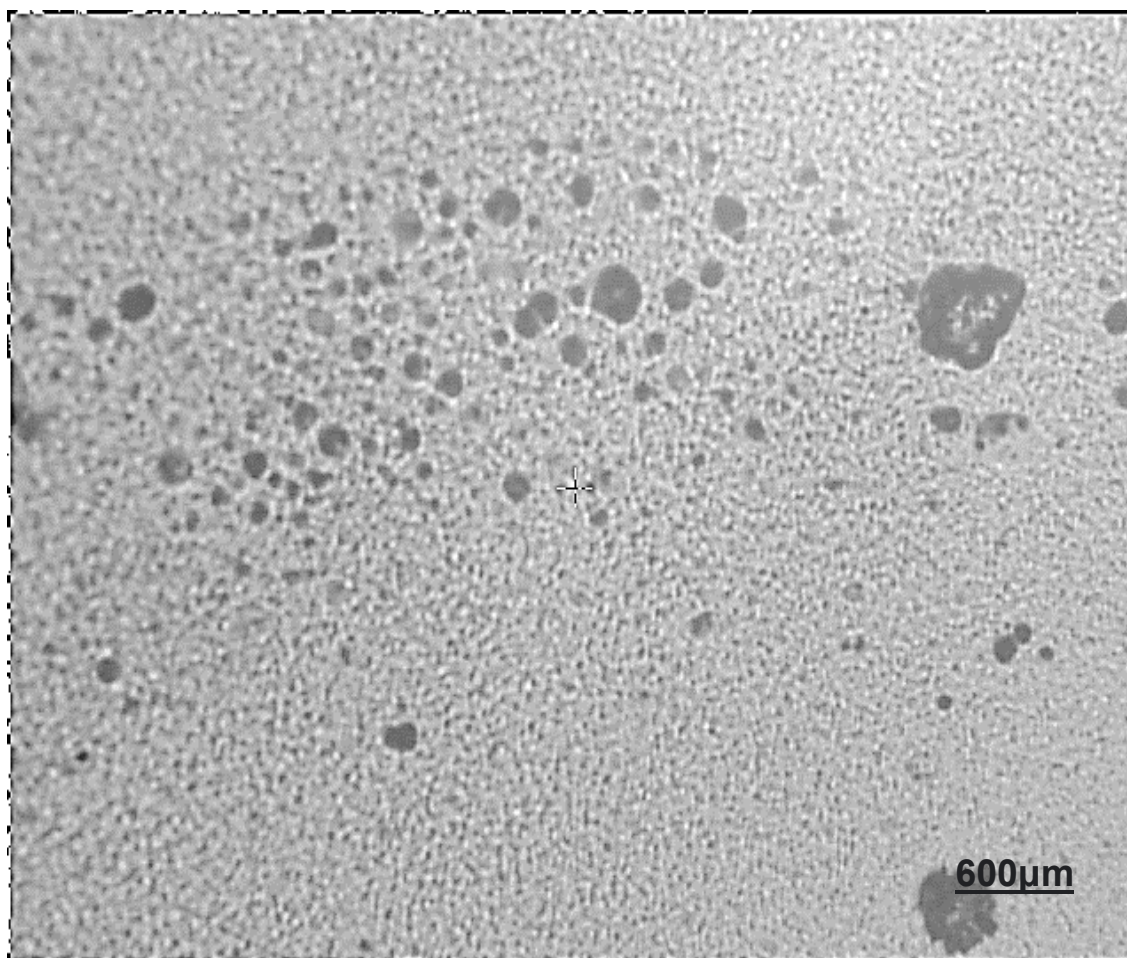
e) PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica).



Fonte: A autora



f) Mistura Manual.



Fonte: A autora

## 2.4 DISCUSSÃO

Este estudo avaliou o efeito do método/tecnologia de mistura nas seguintes propriedades de um cimento resinoso autoadesivo e autocondicionante: resistência à flexão, microdureza Knoop, grau de conversão, pH, sorção, solubilidade, porosidade e no desperdício de material. Baseado nos resultados obtidos para os parâmetros citados, a hipótese nula I, foi parcialmente aceita, pois o método/tecnologia de mistura não teve efeito apenas no parâmetro resistência à flexão biaxial.

Com relação à resistência à flexão, esperava-se que a utilização de dispositivos de automistura produzisse maiores valores de resistência tanto após 24 horas quanto após o envelhecimento artificial em comparação com o método de mistura manual que tende a incluir mais bolhas na mistura (8). A presença de poros dentro de um material é um fator crítico, visto que funcionam como defeitos que, sob tensão, podem levar à propagação de trincas e causar a fratura do material (8,10). De fato, poros são zonas de fragilidade que podem acabar induzindo à fratura com a aplicação de cargas de menor magnitude. Os poros também carregam oxigênio em seu interior, o que pode afetar o grau de conversão final do cimento e conseqüentemente suas propriedades mecânicas (29, 30). Poros também reduzem o volume total de material solicitado durante o teste de resistência, resultando em maior concentração de tensão no material testado, e levando à fratura com menores cargas em comparação com materiais livres de porosidades (31).

Entretanto, nenhum desses efeitos associados a porosidades foi observado no presente estudo em relação à resistência mecânica, e uma possível explicação para essa ausência de diferença estatística entre os valores de resistência obtidos para os grupos que utilizaram pontas de automistura e o método de mistura manual seria o fato de que os métodos de automistura utilizados nesse estudo também geraram algum grau de porosidade, como observado na Figura 10.

Outra possível justificativa para a ausência de diferença estatística entre o método manual e os demais grupos que utilizaram dispositivos de automistura, seria a padronização realizada na manipulação do cimento no método manual, o qual foi realizado pelo tempo preconizado pelo fabricante (30 segundos cronometrados) o que teria sido suficiente para permitir a produção de uma mistura semelhante à mistura obtida através das pontas (8, 17).

O tempo de mistura é um fator importante para que ocorra a difusão das moléculas durante a interação entre as pastas. Por isso, os dispositivos de automistura passivos, como os que usam a tecnologia helicoidal, costumam apresentar maior comprimento para permitir que o material seja misturado por um tempo maior. A tecnologia T-mixer surgiu como uma alternativa para proporcionar uma mistura mais efetiva com maior interação de superfície entre as pastas, com a vantagem adicional de reduzir o comprimento da ponta de automistura e conseqüentemente evitar o desperdício de material (31, 32). Dessa forma, esperava-

se também que as pontas que possuem a tecnologia T-mixer resultassem em médias de resistência mais altas do que as pontas que usam tecnologia helicoidal. Isso porque a geometria em T promove uma maior interação entre as pastas do cimento resinoso e, conseqüentemente, uma maior difusão molecular devido aos fluxos secundários que ocorrem além do fluxo principal do eixo axial da ponta (17-19, 21). Esses fenômenos também levam a uma distribuição mais homogênea das cargas na matriz polimérica. Contudo, estas hipóteses não foram observadas no presente estudo para o parâmetro de resistência à flexão, uma vez que pontas T-mixer e helicoidais levaram a valores de resistência semelhantes. Uma possível explicação para este fato seria o fato que, apesar da tecnologia T melhorar a mistura, a visível redução do comprimento das pontas que utilizam essa tecnologia, principalmente quando comparado às pontas de automistura que utilizam tecnologia de mistura helicoidal pode gerar também redução da pressão interna no momento da mistura do material e também a redução do tempo necessário para que ocorra a correta interação química do material para que se vejam efeitos na resistência mecânica do cimento (17, 18).

O estudo de Sulaiman et al. obteve resultados semelhantes ao do presente estudo, pois observou que o uso do dispositivo de automistura não resultou em melhoria das propriedades mecânicas de cimentos resinosos. Os autores avaliaram algumas propriedades mecânicas de diferentes cimentos resinosos em função do método de mistura antes e após a termociclagem. No estudo, o cimento Variolink manipulado manualmente apresentou o maior valor médio de tenacidade à fratura ( $1,05 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ) quando comparado à manipulação por meio de dispositivos de automistura ( $0,70 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ) após termociclagem; o mesmo não ocorreu para os demais cimentos avaliados e não houve diferença estatística entre os métodos automistura e mistura manual para as demais propriedades avaliadas. Contudo, o estudo não especifica quais dispositivos de automistura foram utilizados (13).

O presente estudo mostrou que houve a redução das médias de resistência à flexão biaxial após o armazenamento dos espécimes. Além disso, ocorreu uma redução do número de fragmentos gerados após o ensaio depois do armazenamento dos espécimes. Pode-se justificar este achado com base na teoria mecânica da fratura que correlaciona o número de fragmentos obtidos após o ensaio de resistência à flexão com a tensão de fratura. Sabe-se que maiores tensões geradas em espécimes resultam em maior energia elástica gerada no corpo-de-prova durante o ensaio. Para

dissipar essa energia, ocorre a formação de novas superfícies e conseqüentemente maior número de pedaços após a fratura (33). Logo, o armazenamento em água teve um efeito de plastificação e degradação do compósito, fazendo com que o corpo-de-prova suportasse menos tensão e se fragmentasse em um menor número de superfícies (1-2 pedaços) em comparação com os espécimes fraturados após 24 horas (3 pedaços). Sendo assim, a hipótese nula II foi rejeitada, visto que para todos os parâmetros avaliados a variável tempo foi estatisticamente significativa.

Com relação ao parâmetro microdureza Knoop, o método/tecnologia de mistura apresentou efeito significativo. Os grupos nos quais foram utilizadas a mistura manual e a tecnologia helicoidal (Manual e PH, respectivamente) apresentaram os menores valores de dureza tanto após 24 horas quanto após 1 mês de armazenamento. Este achado era esperado para o grupo Manual, visto que a mistura manual pode proporcionar a maior inclusão de poros e afetar as propriedades de superfície do material. Os poros carregam oxigênio em seu interior, de modo que podem interferir negativamente na conversão dos monômeros do cimento, resultando em uma cadeia polimérica pouco reticulada e com redução no valor de dureza (34). Além disso, a mistura manual parece apresentar poros mais largos do que os poros apresentados pelos outros métodos (Figura 10). Entretanto, não se esperava esse resultado para o grupo com tecnologia helicoidal.

Os grupos nos quais foram utilizadas a ponta com tecnologia helicoidal associada à cânula intraoral plástica (PH-MIO) e a ponta com tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral plástica (PT-MIO) apresentaram os maiores valores de dureza tanto após 24 horas como após 1 mês de armazenamento. Uma possível explicação para esse fato pode estar associada à presença da cânula intraoral plástica em ambas as tecnologias (helicoidal e T-mixer) que permite uma maior pressão interna quando o cimento passar por elas, o que poderia eliminar alguns poros presentes. O maior tempo de mistura relacionado a estas pontas devido ao maior comprimento final do dispositivo também pode estar relacionado aos maiores valores de dureza desses grupos. Essa informação é clinicamente relevante, visto que o estudo mostra que nas primeiras 24 horas após a cimentação é possível garantir uma maior dureza ao se utilizarem essas tecnologias de automistura.

É importante notar que, independentemente do método/tecnologia de mistura utilizado, houve redução da dureza após 1 mês de armazenamento. Esta informação também tem relevância clínica, uma vez que se deve antecipar uma diminuição dessa propriedade mecânica do cimento com o passar do tempo de vida de uma restauração indireta. Cimentos resinosos autoadesivos são materiais mais hidrofílicos e ficam em constante contato com os fluidos orais principalmente nas margens das restaurações indiretas, de modo que podem absorver água ao longo do tempo. A absorção de água por esses materiais causa a plastificação da matriz e os espaços entre os polímeros vai sendo preenchido pela água, causando uma expansão da matriz polimérica. Além disso, a água absorvida causa a degradação hidrolítica do polímero através da clivagem das ligações químicas como as pontes de hidrogênio. Também são importantes os fenômenos de lixiviação dos monômeros não reagidos e o rompimento de ligações entre as partículas de carga e a matriz polimérica, formando defeitos e poros na estrutura que podem reduzir as propriedades mecânicas do material (35-40).

Ao avaliar o grau de conversão, os resultados indicaram que não houve influência do método/tecnologia de mistura nos valores finais obtidos para os grupos avaliados. Esperava-se que o grupo com mistura manual apresentasse menor grau de conversão quando comparado aos grupos de automistura supondo-se que o método manual incluiria maior quantidade de bolhas no material, o que resultaria em redução da conversão monomérica devido à presença do oxigênio nos poros (30). Contudo, os resultados do presente estudo não confirmaram essa hipótese.

Ainda com relação ao grau de conversão, o estudo mostrou que houve diferença estatística entre os grupos apenas no tempo de avaliação imediatamente após a mistura do cimento, o que pode ter alguma relevância clínica quando se pensa nos momentos iniciais da restauração que foi cimentada. Apesar dessa diferença inicial do grau de conversão, ao final da cura do material, essa diferença não foi mais observada. Uma das explicações para esse fato é o componente de cura química do cimento de cura dual que compensou a pequena diferença gerada inicialmente pelo método/tecnologia de mistura (41). Logo, essa alteração inicial significativa no grau de conversão causada pelo método/tecnologia de mistura pode ser dada pela capacidade das pontas de automistura PH-MIO, PT-MC e PT-AF evitarem a inativação dos radicais livres pelos monômeros ácidos, devido a melhor homogeneidade e neutralização do pH que pode ser dada pela mistura proporcionada pelos dispositivos.

As diferenças de grau de conversão observadas entre os grupos nos tempos iniciais indicam que pode haver uma maior ou menor velocidade de conversão monomérica dependendo do método/tecnologia de mistura utilizado. A Tecnologia T-mixer associada a cânulas intraorais (PT-MIO e PT-AF) e a mistura manual parecem promover uma maior velocidade de conversão, resultando em maiores valores iniciais de grau de conversão. Isso seria justificado pela maior interação proporcionada pela tecnologia T-mixer e pelas pontas intraorais, e pelo maior tempo de interação na mistura manual (17, 21).

Ao avaliar o pH entre os diferentes grupos de acordo com cada tempo de medição, observa-se que houve efeito do método/tecnologia no pH mensurado. Para todos os tempos de medição avaliados, o grupo no qual foi utilizada a ponta com tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral plástica (PT-MIO) apresentou valor significativamente menor de pH que os dos demais grupos, indicando que essa tecnologia de mistura promoveu um pH mais ácido, logo com maior capacidade de desmineralizar o substrato dentário, característica ideal e de grande importância para a efetiva adesão de um cimento resinoso autoadesivo e autocondicionante. Propõe-se como justificativa para este achado o fato que a associação da tecnologia T-mixer com a ponta intraoral plástica proporciona uma mistura mais homogênea do cimento, causando ionização mais efetiva dos seus componentes ácidos. Ao avaliar cada grupo isoladamente quanto o pH, foi possível notar que todos os grupos apresentaram queda progressiva ao longo do tempo de avaliação, sem apresentar a neutralização do pH ao final da cura, visto que o pH permaneceu baixo (ácido).

Com relação à sorção e à solubilidade, esperava-se que os grupos que utilizaram as tecnologias de automistura apresentassem os menores valores devido à possível menor inclusão de bolhas quando comprado ao método manual (18, 19, 21). De fato, a presença de bolhas na matriz polimérica está vinculada à presença de oxigênio na mistura, tornando o material mais hidrofílico e, conseqüentemente mais susceptível à absorção de água. Além disso, segundo a teoria do volume livre, a água se difunde através de microporos presentes no interior do material (12, 42-44). Este fato não foi observado no estudo, visto que a média de sorção e solubilidade do método de mistura Manual apresentou semelhança com as médias de algumas tecnologias de automistura. As tecnologias com as quais a mistura manual apresentou

semelhança foram duas que utilizaram a tecnologia helicoidal (PH e PH-MIO) e uma que utilizou a tecnologia T-mixer (PT-MIO).

Ainda quanto à sorção e à solubilidade, esperava-se que as pontas com tecnologia T-mixer apresentassem menores valores de sorção e solubilidade em comparação com a mistura feita pelas pontas com tecnologia helicoidal, devido à melhor homogeneidade e menor inclusão de bolhas que a tecnologia T-mixer poderia proporcionar (18, 19, 21). Contudo, este fato não foi observado no presente estudo, pois algumas pontas com tecnologia T-mixer apresentaram semelhança com pontas de tecnologia helicoidal com relação a sorção e solubilidade.

Com relação à economia de material, o estudo mostrou que o método/tecnologia de mistura apresentou influência significativa. Optou-se por não incluir o grupo Manual na análise de desperdício de material porque a manipulação manual apresenta muita variabilidade de operador para operador na clínica e seria difícil definir uma padronização neste estudo do quanto material deveria ser dispensado e manipulado.

A ponta com tecnologia helicoidal sem ponta acessória (PH) resultou em maior desperdício em comparação com todas as outras pontas utilizadas, exceto a ponta com tecnologia helicoidal com cânula intraoral plástica acoplada (PH-MIO). O maior desperdício da ponta PH está relacionado ao seu volume total de 0,19 ml. A adição da ponta acessória intraoral à ponta helicoidal (PH-MIO) resultou na redução do volume da ponta para 0,16 ml (0,14 ml da ponta de automistura e 0,025 ml da cânula intraoral plástica) devido à redução de seu comprimento. Apesar desse volume total final da ponta PH-MIO ser numericamente menor em relação ao da ponta PH, a diferença de desperdício de material entre essas duas pontas não foi detectada pela técnica de medição utilizada no presente estudo devido ao coeficiente de variação, como mostrado na Tabela 9.

Tabela 9 – Volume em ml, valores médios de desperdício de material em porcentagem, seguidos de seu respectivos desvios-padrão ( $\pm$ ) e coeficiente de variação (CV) para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Valores seguidos da mesma letra maiúscula indicam semelhança estatística os grupos.

Grupo	Volume (ml)	Desperdício (%)	CV (%)
<b>PH</b>	0,19	51,3 $\pm$ 0,6 <sup>A</sup>	1
<b>PT-MIO</b>	0,16	44,1 $\pm$ 0,7 <sup>BC</sup>	2
<b>PH-MIO</b>	0,16	45,1 $\pm$ 1,7 <sup>AB</sup>	4
<b>PT-MC</b>	0,13	42,9 $\pm$ 0,8 <sup>BC</sup>	2
<b>PT-AF</b>	0,12	42,7 $\pm$ 0,6 <sup>C</sup>	1

Fonte: A autora.

A ponta helicoidal associada à cânula intraoral plástica (PH-MIO) resultou em desperdício de 45,1 %, o qual foi semelhante ao que foi medido para as duas pontas que utilizaram a tecnologia T-mixer, PT-MC e PT-MIO, que apresentaram desperdício de 42,9 % e 44,1%, respectivamente. Esse resultado era esperado para a comparação entre a ponta PH-MIO a ponta PT-MIO, pois ambas apresentam o mesmo volume interno (volume de 0,16 ml). Entretanto, a ponta PT-MC comporta um volume interno de 0,13 ml, o qual é significativamente menor do que o volume comportado pelas pontas PH-MIO e PT-MIO. Entretanto, apesar de haver uma visível diferença numérica do volume das pontas PT-MIO/PH-MIO e a ponta PT-MC, este fato não se refletiu em menor desperdício para essa ponta em relação às outras duas, devido ao coeficiente de variação.

O grupo em que foi utilizada a ponta com tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral metálica (PT-AF) teve o menor valor numérico de desperdício, 42,7%, contudo, apesar dessa ponta apresentar o menor volume interno (volume de ,12 ml) quando comparada com as demais, este valor foi estatisticamente semelhante ao valor obtido para os grupos PT-MIO (volume de 0,16 ml) e PT-MC (volume de 0,13 ml). As diferenças entre os volumes dessas três pontas não resultaram em diferenças significativas entre os valores de desperdício de material desses grupos também devido ao alto coeficiente de variação apresentado.



Entretanto, apesar de não ter sido detectada diferença estatística entre os métodos/tecnologias de mistura, mesmo havendo uma diferença numérica, pode-se dizer que, com base na porcentagem de desperdício, a ponta PH foi a que apresentou a maior porcentagem, enquanto a ponta PT-AF apresentou a menor porcentagem. Pode-se fazer esta afirmação, pois, a longo prazo de uso clínico, essa porcentagem de desperdício repetida para cada procedimento de cimentação realizado refletirá em maior ou menor economia de material ao final em relação ao volume total de cimento na bisnaga.

Recentemente, Maluly-Proni et al. avaliaram o desperdício de material e a estabilidade dimensional de diferentes materiais de impressão à base de polivinilsiloxano em função de dois dispositivos de automistura, tecnologia helicoidal e tecnologia T-mixer. Apesar das pontas utilizadas por Maluly-Proni et al serem significativamente maiores pois o material misturado nos dispositivos foi um material de moldagem, as tecnologias (geometrias internas) são as mesmas. Os autores observaram que as pontas T-mixer reduziram o desperdício de material quando comparado à tecnologia helicoidal, corroborando com os achados no presente estudo (45). Assim como os materiais de moldagem para prótese, os cimentos resinosos são materiais de alto custo, logo obter ferramentas que permitam a sua economia é de grande importância.

O cimento resinoso seT PP é um material pouco reportado na literatura (4, 46, 47) e seu fabricante fornece informações limitadas a respeito da sua composição. Contudo, na versão em inglês da ficha de emergência é fornecida uma informação complementar com relação à composição do material que contém dimetacrilato de diuretano, o UDMA. O restante das informações sobre a composição química é mantido em segredo pela empresa. O UDMA é um monômero que tem uma cadeia linear, fato que o torna uma molécula mais flexível e menos viscosa (48, 49). A maior susceptibilidade à absorção de água de cimentos resinosos autoadesivos, como o seT PP, deve-se principalmente às diferentes combinações de formulações químicas e à presença de monômeros ácidos (50), visto que são componentes químicos hidrofílicos necessários para promover a desmineralização do substrato (12, 39, 51). Essa característica de hidroflicidade precisa ser reduzida ao longo do processo de cura do material por meio da neutralização do pH para que o material tenha menor capacidade de absorção de água do ambiente oral e solubilidade do seu conteúdo (23).

De maneira geral, observa-se que existem fenômenos físicos complexos que regem o fluxo do material durante sua passagem pelo dispositivo de automistura. Esses fenômenos são controlados pela geometria da ponta e capacidade de misturar efetivamente dois fluidos. Essa interação do método/tecnologia de mistura/cimento resinoso é evidenciada no presente estudo, no qual foi difícil estabelecer correlações entre os resultados obtidos para os diversos parâmetros avaliados, mostrando que apesar das propriedades serem interdependentes, o método/tecnologia de mistura pode ter efeito isoladamente em algumas propriedades, e que, mesmo com a existência visível de uma diferença numérica entre as tecnologias, pode não haver diferença estatística significativa para uma determinada propriedade.

## 2.5 CONCLUSÕES

- A resistência à flexão do cimento estudado não foi afetada pelo método/tecnologia de mistura, independentemente do tempo de armazenamento;
- O envelhecimento artificial causou redução significativa (de 50 a 60%) da resistência à flexão do cimento resinoso, independentemente do método/tecnologia de mistura utilizado;
- A dureza do cimento foi significativamente afetada pelo método/tecnologia de mistura, uma vez que o valor de dureza após 24 horas do grupo PH-MIO (ponta de automistura helicoidal com ponta intraoral plástica) acessória foi significativamente maior que os valores obtidos para os grupos PT-MC, PT-AF, PH e Manual;
- Houve efeito do método/tecnologia de mistura na dureza após um mês de armazenamento, visto que o grupo PT-MIO (ponta de automistura com tecnologia T-Mixer com cânula intraoral plástica acoplada) apresentou valor de dureza significativamente maior que os dos grupos PT-MC, PH, PT-AF e Manual;
- O envelhecimento artificial causou uma redução significativa da dureza do cimento estudado (da ordem de 25%) independentemente do método/tecnologia de mistura utilizado;

- Com relação ao grau de conversão, as medições realizadas após 24 horas demonstraram que o método/tecnologia de mistura não influencia o grau de conversão final do cimento estudado;
- Com relação ao pH, todos os métodos/tecnologias de mistura apresentaram redução significativa do pH após 24 horas. O grupo PT-MIO (ponta de automistura com tecnologia T-mixer associada à ponta intraoral plástica) foi o que produziu o menor valor de pH ao longo de todos os tempos de medição;
- Com relação ao pH, em todos os tempos de medição avaliados no estudo, houve influência do método/tecnologia de mistura;
- Com relação à sorção, o método/tecnologia de mistura teve influência sobre os valores, uma vez que para o grupo em que foi utilizada a ponta de T-Mixer com cânula intraoral metálica associada (PT-AF) o valor de sorção foi significativamente menor que os dos grupos nos quais foi utilizada a mistura manual (Manual) e a ponta helicoidal com ponta intraoral plástica acoplada (PH-MIO);
- Para o parâmetro solubilidade, o método/tecnologia de mistura também teve efeito significativo, visto que o grupo no qual foi utilizada a ponta de T-Mixer com cânula intraoral metálica associada (PT-AF) apresentou valor de solubilidade menor que os dos grupos nos quais foram utilizadas a tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral plástica (PT-MIO), a ponta helicoidal associada à cânula intraoral plástica (PH-MIO) e a mistura manual (Manual);
- Com relação ao desperdício de material, o uso da tecnologia helicoidal sem cânula intraoral associada (PH) promoveu maior desperdício de cimento do que todos os grupos nos quais foi utilizada a tecnologia T-mixer, o que demonstra grande relevância clínica tendo em vista que, ao logo do uso do cartucho de cimentos é possível produzir uma maior economia de material devido ao menor desperdício de cimento dentro do dispositivo de automistura.



## REFERÊNCIAS

1. Carvalho RM. Dental Cements for Luting and Bonding Restorations: Self-Adhesive Resin Cements. *Dent Clin North Am.* 2017;61(4):821-34.
2. Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil.* 2011;38(4):295-314.
3. Nakamura T, Wakabayashi K, Kinuta S, Nishida H, Miyamae M, Yatani H. Mechanical properties of new self-adhesive resin-based cement. *J Prosthodont Res.* 2010;54(2):59-64.
4. Almeida CM, Meereis CTW, Leal FB, Ogliari AO, Piva E, Ogliari FA. Evaluation of long-term bond strength and selected properties of self-adhesive resin cements. *Braz Oral Res.* 2018;32:e15.
5. Roedel L, Bednarzig V, Belli R, Petschelt A, Lohbauer U, Zorzin J. Self-adhesive resin cements: pH-neutralization, hydrophilicity, and hygroscopic expansion stress. *Clin Oral Investig.* 2017;21(5):1735-41.
6. Zorzin J, Petschelt A, Ebert J, Lohbauer U. pH neutralization and influence on mechanical strength in self-adhesive resin luting agents. *Dent Mater.* 2012;28(6):672-9.
7. Behr M, Rosentritt M, Loher H, Handel G. Effect of variations from the recommended powder/liquid ratio on some properties of resin-modified cements. *Acta Odontol Scand.* 2006;64(4):214-20.
8. Nomoto R, Komoriyama M, McCabe JF, Hirano S. Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement. *Dent Mater.* 2004;20(10):972-8.
9. Behr M, Rosentritt M, Loher H, Kolbeck C, Trempler C, Stemplinger B, et al. Changes of cement properties caused by mixing errors: the therapeutic range of different cement types. *Dent Mater.* 2008;24(9):1187-93.
10. Da Silva NR, Aguiar GC, Rodrigues MeP, Bicalho AA, Soares PB, Veríssimo C, et al. Effect of Resin Cement Porosity on Retention of Glass-Fiber Posts to Root Dentin: An Experimental and Finite Element Analysis. *Braz Dent J.* 2015;26(6):630-6.
11. Cekic-Nagas I, Ergun G. Effect of different light curing methods on mechanical and physical properties of resin-cements polymerized through ceramic discs. *J Appl Oral Sci.* 2011;19(4):403-12.
12. Petropoulou A, Vrochari AD, Hellwig E, Stampf S, Polydorou O. Water sorption and water solubility of self-etching and self-adhesive resin cements. *J Prosthet Dent.* 2015;114(5):674-9.
13. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Altitnchi A, Ahmed SN, Donovan TE. Mechanical properties of resin-based cements with different dispensing and mixing methods. *J Prosthet Dent.* 2018;119(6):1007-13.

14. Shiratori FK, Valle AL, Pegoraro TA, Carvalho RM, Pereira JR. Influence of technique and manipulation on self-adhesive resin cements used to cement intraradicular posts. *J Prosthet Dent.* 2013;110(1):56-60.
15. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Altinchi A, Ahmed SN, Donovan TE. Effect of Resin-modified Glass Ionomer Cement Dispensing/Mixing Methods on Mechanical Properties. *Oper Dent.* 2018;43(4):E158-E65.
16. Sadighpour L, Fazel A, Geramipanah F, Allahdadi M. Effect of Resin Cement Mixing Method on the Retention Strength of a CAD/CAM Zirconia Crowns. *J Indian Prosthodont Soc.* 2014;14(Suppl 1):31-6.
17. Zhang J, Luo X. Mixing Performance of a 3D Micro T-Mixer with Swirl-Inducing Inlets and Rectangular Constriction. *Micromachines (Basel).* 2018;9(5).
18. Farahinia A, Zhang WJ. Numerical investigation into the mixing performance of micro T-mixers with different patterns of obstacles. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering.* 2019;41(11):491.
19. Matsunaga T, Nishino K. Swirl-inducing inlet for passive micromixers. *RSC Advances.* 2014;4(2):824-9.
20. Ansari MA, Kim KY, Kim SM. Numerical and Experimental Study on Mixing Performances of Simple and Vortex Micro T-Mixers. *Micromachines (Basel).* 2018;9(5).
21. Liu, R.H. & Stremler, Mark & Sharp, Kendra & Olsen, Michael & Santiago, Juan & Adrian, Ronald & Aref, Hassan & Beebe, D.J.. (2000). Passive Mixing in a Three-Dimensional Serpentine Microchannel. *Microelectromechanical Systems, Journal of.* 9. 190 - 197. 10.1109/84.846699.
22. Matsunaga T, Nishino K. Swirl-inducing inlet for passive micromixers. *RSC Advances.* 2014;4(2):824-9.
23. Chiari MDS, Rodrigues MC, Pinto MFC, Vieira DN, Vichi FM, Vega O, et al. Development of brushite particles synthesized in the presence of acidic monomers for dental applications. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2020;116:111178.
24. Albuquerque PPAC, Duarte MFB, Moreno MBP, Schneider LFJ, Moraes RR, Cesar PF, et al. Physicochemical Properties and Microshear Bond Strength of Experimental Self-adhesive Resin Cements to Dentin or Yttria-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal. *J Adhes Dent.* 2019;21(2):133-41
25. Camargo FSAS, González AHM, Alonso RCB, Di Hipólito V, D'Alpino PHP. Effects of Polymerization Mode and Interaction with Hydroxyapatite on the Rate of pH Neutralization, Mechanical Properties, and Depth of Cure in Self-Adhesive Cements. *Eur J Dent.* 2019;13(2):178-86.
26. Liu Q, Meng X, Yoshida K, Luo X. Bond degradation behavior of self-adhesive cement and conventional resin cements bonded to silanized ceramic. *J Prosthet Dent.* 2011;105(3):177-84.
27. Müller JA, Rohr N, Fischer J. Evaluation of ISO 4049: water sorption and water solubility of resin cements. *Eur J Oral Sci.* 2017;125(2):141-50.

28. Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. *Phillips Materiais Dentários*. Tradução de R Braga e C.S Pfeifer. 12<sup>a</sup> ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2013. p. 312.
29. Malkoç MA, Sevimay M, Tatar İ, Çelik HH. Micro-CT Detection and Characterization of Porosity in Luting Cements. *J Prosthodont*. 2015;24(7):553-61.
30. Uyanik MO, Nagas E, Cubukcu HE, Dagli F, Cehreli ZC. Surface porosity of hand-mixed, syringe-mixed and encapsulated set endodontic sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2010;109(6):e117-22.
31. Yoshimura, Humberto Naoyuki et al. Porosity dependence of elastic constants in aluminum nitride ceramics. *Materials Research* [online]. 2007, v. 10, n. 2, pp. 127-133. doi.org/10.1590/S1516-14392007000200006.
32. Zhang J, Luo X. Mixing Performance of a 3D Micro T-Mixer with Swirl-Inducing Inlets and Rectangular Constriction. *Micromachines* (Basel). 2018;9(5).
33. Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda WG, Yoshimura HN. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. *Dent Mater*. 2011;27(4):394-406.
34. Carrillo-Marcos A, Salazar-Correa G, Castro-Ramirez L, Ladera-Castañeda M, López-Gurreonero C, Cachay-Criado H, et al. The Microhardness and Surface Roughness Assessment of Bulk-Fill Resin Composites Treated with and without the Application of an Oxygen-Inhibited Layer and a Polishing System: An In Vitro Study. *Polymers* (Basel). 2022;14(15).
35. Walker MP, Spencer P, David Eick J. Mechanical property characterization of resin cement after aqueous aging with and without cyclic loading. *Dent Mater*. 2003;19(7):645-52.
36. Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res*. 1984;63(10):1248-54.
37. de Brito O, de Oliveira I, Monteiro G. Hydrolytic and Biological Degradation of Bulk-fill and Self-adhering Resin Composites. *Oper Dent*. 2019;44(5):E223-E33.
38. Göpferich A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomaterials*. 1996;17(2):103-14.
39. Nóbrega MTC, Dantas ELA, Alonso RCB, Almeida LFD, Puppim-Rontani RM, Sousa FB. Hydrolytic degradation of different infiltrant compositions within different histological zones of enamel caries like-lesions. *Dent Mater J*. 2020;39(3):449-55.
40. Pan Y, Xu X, Sun F, Meng X. Surface morphology and mechanical properties of conventional and self-adhesive resin cements after aqueous aging. *J Appl Oral*
41. Frassetto A, Navarra CO, Marchesi G, Turco G, Di Lenarda R, Breschi L, et al. Kinetics of polymerization and contraction stress development in self-adhesive resin cements. *Dent Mater*. 2012;28(9):1032-9.

42. Marghalani HY. Sorption and solubility characteristics of self-adhesive resin cements. *Dent Mater.* 2012;28(10):e187-98.
43. Fabre HS, Fabre S, Cefaly DF, de Oliveira Carrilho MR, Garcia FC, Wang L. Water sorption and solubility of dentin bonding agents light-cured with different light sources. *J Dent.* 2007;35(3):253-8.
44. Frisch HL. Sorption and transport in glassy polymers—a review. *Polymer Engineering & Science.* 1980;20(1):2-13.
45. Maluly-Proni AT, Delben JA, Briso ALF, Marson FC, Dos Santos PH. Evaluation of material waste, dimensional stability, and detail reproduction of polyvinyl siloxane impression materials mixed with different mixing tips. *J Prosthet Dent.* 2022;127(5):759-64.
46. Costa LA, Carneiro KK, Tanaka A, Lima DM, Bauer J. Evaluation of pH, ultimate tensile strength, and micro-shear bond strength of two self-adhesive resin cements. *Braz Oral Res.* 2014;28:1-7.
47. Kasaz AC, Pena CE, de Alexandre RS, Viotti RG, Santana VB, Arrais CA, et al. Effects of a peripheral enamel margin on the long-term bond strength and nanoleakage of composite/dentin interfaces produced by self-adhesive and conventional resin cements. *J Adhes Dent.* 2012;14(3):251-63.
48. Floyd CJ, Dickens SH. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dent Mater.* 2006;22(12):1143-9.
49. Phan AC, Tang ML, Nguyen JF, Ruse ND, Sadoun M. High-temperature high-pressure polymerized urethane dimethacrylate-mechanical properties and monomer release. *Dent Mater.* 2014;30(3):350-6.
50. Sokolowski G, Szczesio A, Bociong K, Kaluzinska K, Lapinska B, Sokolowski J, et al. Dental Resin Cements-The Influence of Water Sorption on Contraction Stress Changes and Hydroscopic Expansion. *Materials (Basel).* 2018;11(6).
51. Szczesio-Wlodarczyk A, Domarecka M, Kopacz K, Sokolowski J, Bociong K. An Evaluation of the Properties of Urethane Dimethacrylate-Based Dental Resins. *Materials (Basel).* 2021;14(11).



**3 Efeito do método/tecnologia de mistura nas propriedades adesivas de um cimento resinoso dual autoadesivo e autocondicionante**

## Resumo

**Objetivos:** avaliar o efeito de diferentes métodos/tecnologias de mistura na resistência de união à dentina e à zircônia. **Materiais e Métodos:** a partir do cimento resino dual autocondicionante e autoadesivo (seT PP, SDI Limited, Austrália) 6 grupos experimentais foram criados usando os seguintes métodos/tecnologia de mistura: PH, automistura com ponta de misturadora helicoidal; PT-MC, automistura com ponta misturadora tecnologia T-Mixer; PT-MIO, automistura com ponta misturadora tecnologia T-Mixer associada a uma ponta intraoral plástica; PT-AF, automistura com ponta misturadora T-Mixer associada a uma ponta intraoral metálica; PH-MIO, automistura com ponta misturadora misturadora helicoidal associada a uma ponta a intraoral plástica; e f) Manual mistura manual em bloco de espatulação e espátula metálica. **Materiais e Métodos:** Blocos de Y-TZP de 6 x 6 x 3 mm (n=120) e blocos de dentina de 4 mm de espessura (n=120) foram produzidos e tiveram tubos Tygon aderidos contendo o cimento resinoso manipulado de acordo com cada metodologia de mistura. O teste de resistência de união foi realizado por microcissalhamento após 24 horas e 1 mês de armazenamento em água destilada. O ensaio foi realizado em uma máquina universal de ensaios com velocidade de 0,5mm/min. A análise fractográfica foi realizada em um estereomicroscópio com câmera acoplada. Os dados obtidos de resistência de união antes e após o envelhecimento para ambos os substratos foram analisados por ANOVA 2 fatores com Teste Tukey e nível global de significância de 5%. **Resultados:** Para o substrato dentinário após 24 horas, não houve diferença estatística, contudo, após 1 mês de armazenamento o grupo manual apresentou menor valor médio, contudo foi estatisticamente semelhante à média obtida pelos grupos PT-AF e PH-MIO. O grupo PH apresentou o maior valor médio de resistência de união, entretanto foi estatisticamente semelhante às médias obtidas pelos grupos PT-MC, PT-MIO, PT-AF e PH-MIO. Para o substrato cerâmico, após 24 horas, o grupo PT-MC apresentou o menor valor médio de resistência de união, contudo foi semelhante às médias obtidas pelos grupos PH, PT-MIO, PH-MIO e Manual, contudo foi estatisticamente diferente da média obtida pelo grupo PT-AF que apresentou o a maior valor de resistência de união. Após 1 mês de armazenamento, o grupo Manual apresentou maior valor de resistência adesiva, enquanto o grupo PH apresentou o menor valor médio. O maior índice de falha observado para ambos os substratos foi a falha adesiva e mista. **Conclusão:** o método/tecnologia de mistura afetou a resistência de união à dentina apenas após 1 mês de armazenamento, e a zircônia em ambos os períodos no caso do cimento resinoso autoadesivo seT PP; o fator tempo teve influência significativa na avaliação da estabilidade e longevidade das médias de resistência de união obtidas.

### 3.1 INTRODUÇÃO

Realizar a adesão em Odontologia é uma etapa crítica e de suma importância para que o tratamento tenha longevidade e sucesso. Com exceção dos laminados cerâmicos ultrafinos, atualmente a maioria dos trabalhos protéticos são cimentados sobre dentina. A dentina é um substrato heterogêneo, visto que é composta majoritariamente por matriz orgânica (principalmente colágeno do Tipo I), água e uma menor porcentagem de conteúdo mineral (1). É formada por túbulos dentinários, cuja quantidade e diâmetro aumentam a medida em que se aproxima da polpa. Os túbulos dentinários são constituídos pela dentina peritubular, em volta dos túbulos, e a dentina intertubular, localizada entre os túbulos dentinários (2-4).

O maior desafio em realizar adesão à dentina é a umidade presente neste tecido, visto que após realizar a desmineralização do substrato, é necessário reduzir substancialmente o conteúdo de água para que possa ocorrer a interação com o aderente resinoso, e ao mesmo tempo manter o meio hidratado, pois, caso seja removida toda a água, as fibrilas de colágenos expostas podem colabar e assim impedir a penetração do primer e do bond (4-6). Mediante o exposto, foi introduzida na Odontologia a estratégia autoadesiva e autocondicionante que abrange não apenas os sistemas adesivos, como também os cimentos resinosos na tentativa de na tentativa de eliminar a sensibilidade à técnica operatória e otimizar o tempo clínico (6-8).

Atualmente os materiais cerâmicos são escolhidos como materiais de eleição para realizar as reabilitações protéticas, sendo as mais utilizadas as vitrocerâmicas, devido à combinação razoável de propriedades mecânicas e propriedades ópticas; e as cerâmicas policristalinas, devido às suas elevadas propriedades mecânicas, sendo indicada principalmente como material de infraestrutura (9).

A zircônia é uma cerâmica policristalina, que tem sua fase tetragonal estabilizada à temperatura ambiente pela inclusão da ítria em sua composição. Tem sido muito utilizada como infraestrutura para próteses fixas em substituição ao metal devido às suas propriedades mecânicas superiores quando comparadas às porcelanas e vitro-cerâmicas (10). É um material com excelentes propriedades mecânicas devido a dois principais mecanismos: a tenacificação por transformação

de fase, deflexão de trinca o ponteamto de trinca, por isso é considerado um material inteligente (11).

Contudo, realizar a adesão em peças de zircônia ainda é um grande desafio para a Odontologia, visto que esta cerâmica não é passível de ser condicionada pelo ácido fluorídrico como as demais devido à ausência da fase vítrea em sua microestrutura. Dessa forma, muitas metodologias alternativas de tratamento de superfície têm sido propostas no intuito de criar uma adesão efetiva e longa entre a zircônia, o cimento e o remanescente dentário (12).

Atualmente sabe-se que uma das melhores formas de se promover adesão às cerâmicas policristalinas é a associação de tratamentos físicos e químicos. Contudo, existem inúmeros protocolos avaliados na literatura (13). O jateamento com partículas de óxido alumínio revestidas por sílica, conhecido como tratamento triboquímico, é um tratamento de superfície bem consolidado, pois além de promover a formação de rugosidades na zircônia jateada, reveste a superfície com sílica, permitindo assim a aplicação do agente de união silano, o qual estabelecerá uma ligação entre a zircônia silicatizada e o cimento resinoso, e ainda de um primer cerâmico contendo MDP (14, 15).

Devido à facilidade de uso e rapidez da técnica, houve um aumento da predileção pelos cimentos resinosos autoadesivos. Contudo, esta classe de agente cimentante apresenta alta variabilidade com relação às propriedades mecânicas e adesivas devido à heterogeneidade da composição química que varia entre os diversos fabricantes (16, 17). Além disso, quando comparado a outros cimentos resinosos convencionais, os autoadesivos apresentam uma menor resistência de união (18, 19). Contudo uma revisão de literatura mostrou maior resistência de união para pinos de fibra de vidro cimentados com cimentos resinosos autoadesivos (17).

Uma possível solução para reduzir a variabilidade dentro de um mesmo material e tentar garantir a longevidade do trabalho protético, é realizar o correto proporcionamento e manipulação (20, 21). Para isso, existem diferentes dispositivos de automistura que realizam essas duas funções, além de facilitar a inserção do material nos preparos coronários e intrarradiculares. Apesar de existirem estudos que avaliam a influência do método de mistura nas propriedades de cimentos resinosos, nenhum deles caracteriza o tipo de dispositivo sendo utilizado no estudo, de modo

que o uso desse instrumento nem sempre culmina com as melhorias das propriedades avaliadas (20-23).

A ponta mais comumente utilizada para manipular materiais odontológicos compostos por duas pastas é a de geometria interna helicoidal (formato de hélice). Contudo, recentemente na odontologia foram introduzidos dispositivos de automistura que se baseiam na tecnologia T-mixer. Dentro dessa categoria, existem diferentes subtipos de misturadores em T com pequenas alterações em sua arquitetura, como o misturador no formato de serpentina (24, 25). O presente estudo acredita que essa tecnologia (T-mixer e o formato de serpentina) tenha sido importada da área de micromisturadores na engenharia para a odontologia devido à semelhança do fluxo de mistura formado dentro destes misturadores e o fluxo formado pelos dispositivos T-mixer utilizados na odontologia. Além disso, na literatura odontológica praticamente não há informações sobre estas diferentes tecnologias, apenas comparações simplificadas entre o método de automistura e a mistura manual. Entretanto, os micromisturadores são muito pesquisados no campo da engenharia, objetivando desenvolver melhorias em sua arquitetura, pois são economicamente mais viáveis que os misturadores ativos, mas substancialmente inferiores em relação à sua efetividade em proporcionar misturas mais homogêneas (24, 26, 27).

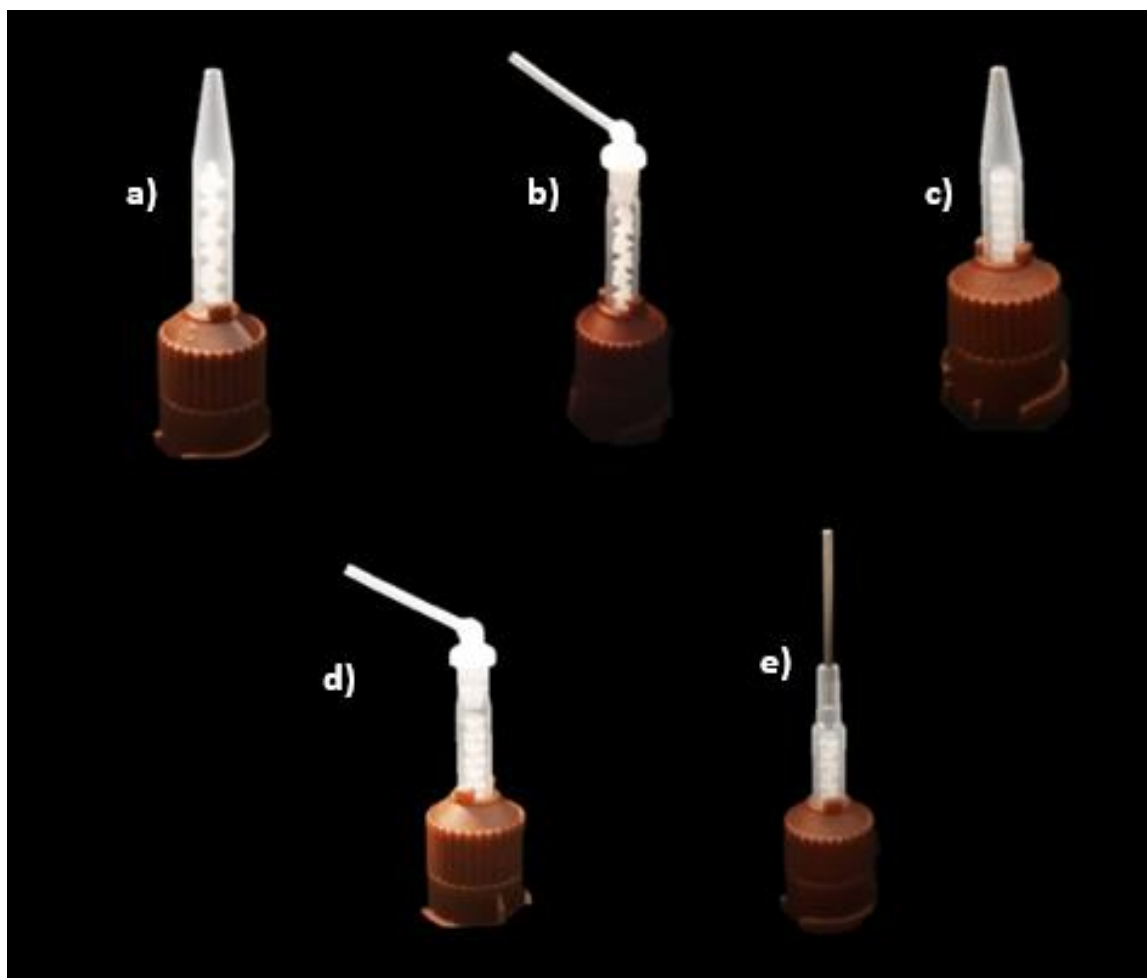
A tecnologia T foi desenvolvida por Liu et al. (28), e baseia-se no conceito de formação da agitação caótica, onde o formato C de sua arquitetura interna permite que as pastas tenham maior área de superfície de contato durante a mistura (24, 28). Sendo assim, o objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união à dentina e à zircônia de um cimento resino dual autoadesivo autocondicionante manipulado por meio de seis diferentes estratégias de mistura (mistura manual e cinco diferentes tecnologias de automistura) em função do tempo de armazenamento (24 horas e 1 mês). A hipótese nula I foi que o método/tecnologia de mistura do cimento não afetam as propriedades adesivas aos diferentes substratos; a segunda hipótese foi que o fator tempo de armazenamento não afeta a resistência de união dos grupos avaliados.

## **3.2 MATERIAIS E MÉTODOS**

### **3.2.1 MATERIAIS UTILIZADOS**

Cinco pontas de automistura com diferentes tecnologias foram utilizadas neste estudo: ponta de automistura helicoidal (Figura 1 a); ponta de automistura helicoidal com ponta acessória intraoral plástica (Figura 1 b); ponta de automistura T-Mixer (Figura 1 c); ponta de automistura T-Mixer com ponta acessória intraoral plástica (Figura 1 d); ponta de automistura T-Mixer com cânula acessória intraoral metálica (Figura 1 e); e um único tipo de cimento resinoso dual autocondicionante e autoadesivo. (seT PP, SDI Limited, BaysWater, Victoria Austrália). A Tabela 1 apresenta a descrição detalhada de cada material utilizado no estudo.

Figura 1 - Imagens de cada dispositivo de automistura utilizado no estudo: a) ponta de automistura helicoidal; b) ponta de automistura helicoidal com ponta acessória intra-oral plástica; c) ponta de automistura T-Mixer; d) ponta de automistura T-Mixer com ponta acessória intraoral plástica; e) ponta de automistura T-Mixer com cânula acessória metálica.



Fonte: A autora.

Tabela 1 - Materiais, fabricante e composição dos materiais investigados (informações fornecidas pelo manual do fabricante).

<b>Material</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Conteúdo</b>
<b>seT PP</b>	SDI Limited, BaysWater, Victoria Austrália	Cimento resinoso autoadesivo e autocondicionante composto por 35% em peso de éster de metacrilato e 65% em peso de partícula inorgânica.
<b>Ponta de automistura helicoidal</b>	Medmix, Management Suíça	Sulzer Ltda, Helicoidal, diâmetro interno de 2,5 mm e 39,7 mm de comprimento e comportando um volume de material de 0,19 ml; cor marrom, com saída S cônica ML 2.5-08-S, D, Sulzer
<b>Ponta de automistura T-Mixer</b>	Medmix, Management Suíça	Sulzer Ltda, T-Mixer, diâmetro interior de 2,5 mm e tem 34,4 mm de comprimento, comportando um volume de material de 0,13 ml; cor marrom, com saída S cônica MLT 2.5-10-S, Sulzer
<b>Ponta de automistura T-Mixer com ponta acessória intra-oral plástica</b>	Medmix, Management Suíça	Sulzer Ltda, T-Mixer, diâmetro interno de 2,5 mm, 30,6 mm de comprimento e que comporta um volume interno de 0,14 ml, com uma saída D reta para o acoplamento de uma ponta intraoral transparente de 0,9 mm de diâmetro e volume de 0,025ml; cor marrom, com saída D flat (MLT 2.5-10-D) com ponta acessória intra-oral plástica (IOR 209-20)
<b>Ponta de automistura T-Mixer Colibri</b>	Medmix, Management Suíça	Sulzer Ltda, T-Mixer colibri, diâmetro interno de 2,5 mm, 33,85 mm de comprimento e que comporta um volume interno de 0,12 ml, com a saída D reta. Essa ponta é produzida com uma cânula de aço inox de 0,8 mm de diâmetro interno acoplada à sua saída, cor marrom (MLT 2.5-10-N11-BT, Sulzer)
<b>Ponta de automistura helicoidal com ponta acessória intra-oral plástica</b>	Medmix, Management Suíça	Sulzer Ltda, Helicoidal, 33 mm de comprimento e diâmetro interno de 2,55 mm; com uma saída reta para o acoplamento de uma ponta intraoral transparente de 0,9 mm de diâmetro e volume de 0,025ml; cor marrom, saída D flat (ML 2.5-08-D) com ponta acessória intraoral plástica, Sulzer (IOR 209-20)
<b>Zircônia Tetragonal Policristalina estabilizada por ítria</b>	(Vita, Alemanha)	In-Ceram, 90,9 – 94,5% de ZrO <sub>2</sub> , 3% de Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .
<b>Primer cerâmico</b>	Clearfil Ceramic Primer Plus, Noritake Co., Kurashiki, Okayama	3-metacriloxipropil trimetoxissilano, 10-Metacriloloxidecil dihidrogeno fosfato e Etanol

Fonte: A autora.



### 3.2.2 MÉTODOS

#### 3.2.2.1 Confeção dos corpos-de-prova em dentina

Para realizar o teste de resistência de união foi seguida a metodologia descrita por Albuquerque et al. (29). Após a aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, cujo número do parecer é 5.150.318 e o CAAE é 52561321.0.0000.0075 (Anexo 1); 120 terceiros molares hígidos (n=20) foram coletados e tiveram os terços oclusal e apical removidos e então foram cortados em uma cortadeira de precisão para a obtenção de espécimes de 4 mm de dentina exposta. Os espécimes foram incluídos em resina acrílica. Para padronizar a smear layer, os espécimes foram polidos com uma lixa de granulação 600 em uma politriz semi-automática. Sobre cada espécime foram posicionado quatro tubos Tygon de 0,76 mm de diâmetro interno e 0,5 mm de altura, os quais foram preenchidos com o cimento resinoso manipulado de acordo com cada metodologia e tecnologia de mistura descrita na Tabela. O sistema tubo/cimento foi fotopolimerizado durante 20 segundos com uma potência de 1500 mW/cm<sup>2</sup> (Radii-cal, SDI).

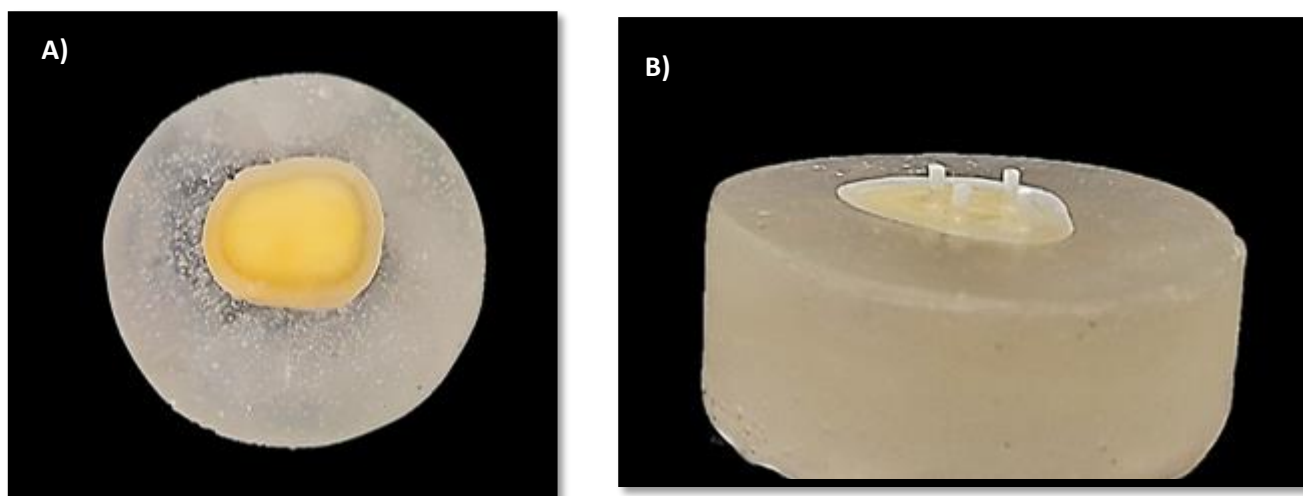
Tabela 2 - Sigla dos grupos experimentais do estudo seguidos pela sua descrição.

<b>Grupo</b>	<b>Descrição Método/Tecnologia de Mistura</b>
<b>PH</b>	Ponta de automistura helicoidal
<b>PT-MC</b>	Ponta de automistura tecnologia T-mixer
<b>PT-AF</b>	Ponta de automistura tecnologia T-mixer associada a cânula intraoral metálica
<b>PH-MIO</b>	Ponta de automistura helicoidal associada a uma cânula intraoral plástica
<b>PT-MIO</b>	Ponta de automistura tecnologia T-mixer associada a uma cânula intraoral plástica
<b>Manual</b>	Mistura manual

Fonte: A autora.

Os tubos tygon foram cuidadosamente removidos com uma lâmina de bisturi, de modo a não gerar tensões nos cilindros de cimento. Metade dos espécimes foram armazenados em água deionizada em um recipiente à prova de luz em uma estufa a 37°C durante 24 horas enquanto a outra metade foi mantida sob as mesmas condições durante 1 mês como forma de envelhecimento dos espécimes.

Figura 2 - A) Imagem do corpo-de-prova de dentina incluído em resina acrílica; B) Corpo-de-prova de dentina com os cilindros de cimento resinoso para o teste de microcisalhamento.



Fonte: A autora.

### 3.2.2.2 Confeção dos corpos-de-prova em zircônia

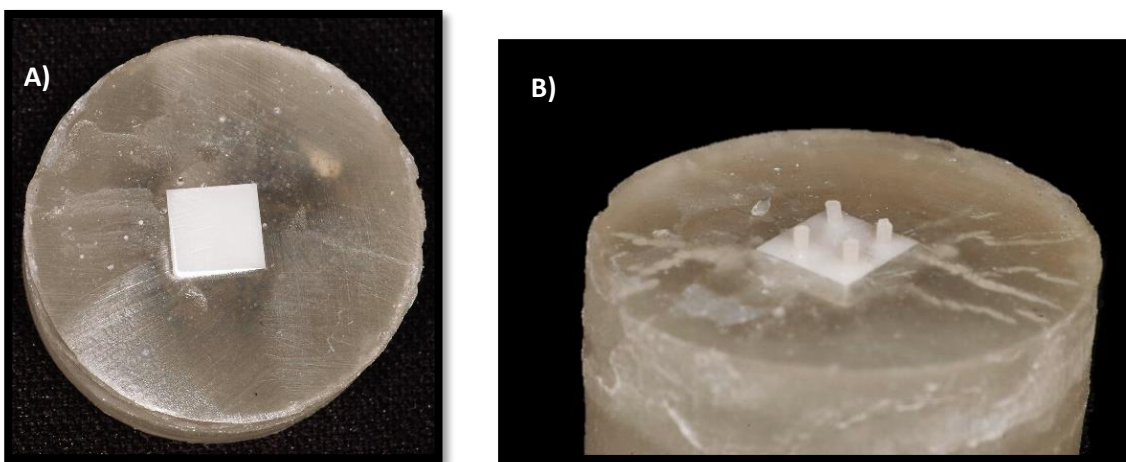
Para realizar o teste de resistência de união foi seguida a metodologia realizada por Albuquerque et al. (29). Foram utilizados blocos de Y-TZP YZ-55 parcialmente sinterizados (Vita, In-Ceram, Alemanha), os quais foram seccionados em uma cortadeira de precisão (Isomet 1000 Buehler, Germany) para obter corpos-de-prova de 6 x 6 x 3 mm. Foram obtidos 120 blocos no total, os quais foram levados ao forno Zyrcomat para a realização do ciclo de queima final de acordo com as recomendações do fabricante. Os blocos foram incluídos em resina acrílica e posteriormente polidos com uma lixa de granulação 1200 em uma politriz semi-automática (Ecomet 3000) sob refrigeração. Em seguida, os blocos foram jateados com partículas de óxido de alumínio (30 µm) revestidas com sílica (Sistema Rocatec) a uma pressão de 2.5 bar

com uma distância de 10 mm e, posteriormente foi feita a aplicação de um primer cerâmico contendo 10-MDP (10-Metacrilóiloxidecil dihidrogeno fosfato) com um microbrush.

Quatro tubos Tygon de 0,76 mm x 0,5 mm foram colados nas superfícies de cada corpo-de-prova de zircônia e o cimento resinoso foi aplicado dentro de cada tubo de acordo com a metodologia e tecnologia de mistura descrita na Tabela 2 e fotopolimerizado durante 20 segundos com uma potência de 1500 mW/cm<sup>2</sup> (Radii-cal, SDI).

Metade dos espécimes foram armazenados em recipientes à prova de luz em uma estufa a 37°C contendo água deionizada durante 24 horas, enquanto a outra metade foi armazenada sob as mesmas condições durante 1 mês como forma de envelhecimento dos espécimes.

Figura 3 - A) Imagem do corpo-de-prova de zircônia incluído em resina acrílica; B) Corpo-de-prova de zircônia com os cilindros de cimento resinoso para o teste de microcisalhamento



Fonte: A autora.

### 3.2.2.3 Ensaio de resistência de união

O teste de resistência de união foi realizado por ensaio de microcisalhamento em máquina universal de ensaios Instron (Instron 4501, Instron Corp., Canton, MA) com velocidade de 0,5 mm/min utilizando-se uma alça de fio de aço com espessura de 0,2 mm justaposta na interface cimento/zircônia/ e cimento/dentina. A outra extremidade do fio foi presa a um dispositivo que foi acoplado à célula de carga da máquina universal de ensaios. A resistência de união é calculada através da seguinte fórmula:

$$RU = \frac{F}{A}$$

Onde RU é a resistência de união (MPa), F é a força obtida no ensaio de microcisalhamento em Newtons e A é a área da superfície aderida em mm<sup>2</sup>. A média de resistência de união para cada espécime foi calculada a partir dos valores de resistência de união obtidos para cada um dos quatro tubos de cimento aderidos. Posteriormente foi calculada a média geral de resistência de união em MPa para cada grupo experimental.

### 3.2.2.4 Análise Fractográfica

Após o teste de resistência de união para ambos os substratos, os padrões de falha foram analisados em um estereomicroscópio com câmera acoplada (Olympus, Tokyo, Japão) e classificados em: a) adesiva; b) coesiva no cimento; c) coesiva na cerâmica/dentina; e d) mista.

### 3.2.2.5 Análise estatística

Os dados obtidos para os parâmetros resistência de união à dentina e resistência de união à zircônia foram submetidos à análise descritiva, onde foi calculada a média de resistência de união para cada espécime a partir dos valores de resistência de união obtidos para cada um dos 4 tubos de cimento aderidos. Posteriormente foi calculada a média geral de resistência de união em MPa para cada grupo experimental, com os respectivos desvios-padrão e coeficientes de variação. Os dados foram submetidos a análise de variância (ANOVA) de 2 fatores e teste Tukey. Todos os parâmetros com nível global de significância de 5%.

### 3.3 RESULTADOS

#### 3.3.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA

A Tabela 3 e a Figura 4 apresentam as médias dos valores obtidos para o parâmetro resistência de união à dentina após 24 horas e 1 mês de armazenamento para cada método/tecnologia de mistura avaliado no estudo, seguidos pelos respectivos desvios-padrão e porcentagem de espécimes perdidos precocemente.

Não houve diferença significativa entre os valores médios de resistência de união dos grupos experimentais (método de mistura) avaliados após 24 horas de armazenamento. Contudo, após 1 mês de armazenamento, o grupo no qual foi realizada a mistura manual do cimento, apresentou valor significativamente menor que o grupo no qual foi utilizada a ponta helicoidal (PH), e semelhante aos valores dos demais métodos/tecnologia de mistura. Com exceção do PH, os métodos/tecnologia de mistura PT-MC, PT-MIO, PT-AF, PH-MIO e Manual apresentaram médias de resistência à união à dentina semelhantes entre si. Os grupos PH, PT-AF e PT-MC também foram semelhantes entre si.

O fator tempo de armazenamento teve influência significativa na resistência de união à dentina. Contudo, apenas os grupos nos quais foi utilizada a ponta helicoidal (PH) e a mistura manual (Manual) apresentaram alteração significativa no valor de resistência de união após 1 mês. Enquanto o grupo PH apresentou aumento significativo de 147% no valor de resistência de união, o grupo Manual apresentou redução significativa de 79% do valor.

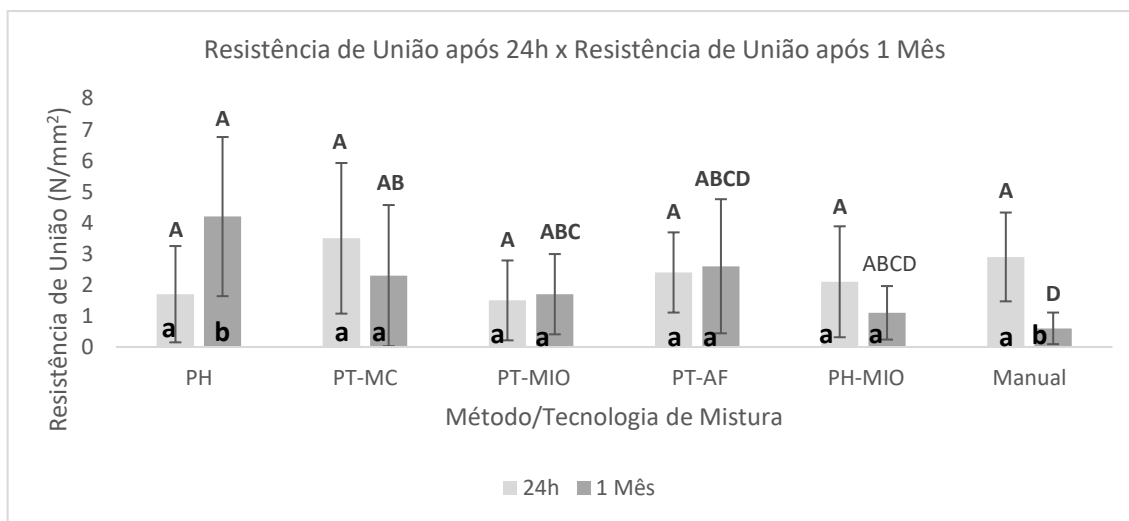
Durante o armazenamento dos corpos-de-prova, alguns espécimes de cimento aderidos ao substrato apresentaram falha de união precoce. Esses cilindros perdidos não foram englobados no cálculo das médias por grupo. Os grupos PT-MIO, PH e Manual apresentaram as três maiores porcentagens de perda precoce de espécimes após 24 horas. Após 1 mês de armazenamento, os grupos PT-MC, PT-AF e Manual apresentaram maior porcentagem de perda de espécimes.

Tabela 3 - Valores médios resistência de união (MPa) após 24 horas e 1 mês de armazenamento, seguido pelos seus respectivos desvio-padrão ( $\pm$ ), coeficiente de variação (CV %) e porcentagem de espécimes perdidos para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Letras maiúsculas similares indicam a semelhança estatística entre os grupos experimentais (método/tecnologia de mistura) para o mesmo tempo de armazenamento avaliado. Letras minúsculas similares indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de armazenamento para o mesmo grupo experimental avaliado.

Grupo	Após 24h	CV (%)	% Espécimes Perdidos após 24h	Após 1 mês	CV (%)	% Espécimes Perdidos após 1 mês
<b>PH</b>	1,7 $\pm$ 1,6 <sup>Aa</sup>	89	28	4,2 $\pm$ 2,6 <sup>Ab</sup>	61	25
<b>PT-MC</b>	3,5 $\pm$ 2,4 <sup>Aa</sup>	70	13	2,3 $\pm$ 2,3 <sup>ABCDa</sup>	100	40
<b>PT-MIO</b>	1,5 $\pm$ 1,3 <sup>Aa</sup>	88	33	1,7 $\pm$ 1,3 <sup>BCDa</sup>	78	13
<b>PT-AF</b>	2,4 $\pm$ 1,3 <sup>Aa</sup>	54	13	2,6 $\pm$ 2,2 <sup>ABCDa</sup>	84	40
<b>PH-MIO</b>	2,1 $\pm$ 1,8 <sup>Aa</sup>	84	15	1,1 $\pm$ 0,9 <sup>CDa</sup>	81	28
<b>Manual</b>	2,9 $\pm$ 1,4 <sup>Aa</sup>	49	18	0,6 $\pm$ 0,5 <sup>Db</sup>	89	30

Fonte: A autora.

Figura 4 - Valores médios resistência de união (MPa) após 24 horas e 1 mês de armazenamento, seguido e o desvio-padrão ( $\pm$ DP) para cada grupo experimental PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Letras maiúsculas similares indicam a semelhança estatística entre os grupos experimentais (método/tecnologia de mistura) para o mesmo tempo de armazenamento avaliado. Letras minúsculas similares indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de armazenamento para o mesmo grupo experimental avaliado.



Fonte: A autora.

### 3.3.2 RESISTÊNCIA DE UNIÃO À ZIRCÔNIA

A Tabela 4 e a Figura 5 apresentam os valores médios de resistência de união à zircônia após 24 horas de armazenamento e após 1 mês de armazenamento seguidos pelos respectivos desvios-padrão e porcentagem de espécimes perdidos precocemente.

O método/tecnologia de mistura teve efeito significativo nos valores de resistência de união à zircônia após 24 horas. O grupo no qual foi utilizada a ponta de automistura com tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral metálica (PT-AF) obteve média significativamente maior que a do grupo PT-MC e semelhante às médias do grupos PH, PH-MIO, PT-MIO e Manual. As médias do grupos PH, PT-AF, PH-MIO, PT-MIO e Manual foram semelhantes entre si.



O fator tempo teve influência significativa na resistência de união à zircônia para alguns grupos experimentais. Os grupos nos quais foi utilizada a ponta helicoidal (PH) e a ponta com tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral metálica (PT-AF) apresentaram redução significativa no valor de resistência de união após 1 mês de armazenamento, 46% e 40%, respectivamente. Os demais grupos não apresentaram alteração significativa nas médias de resistência de união após o envelhecimento.

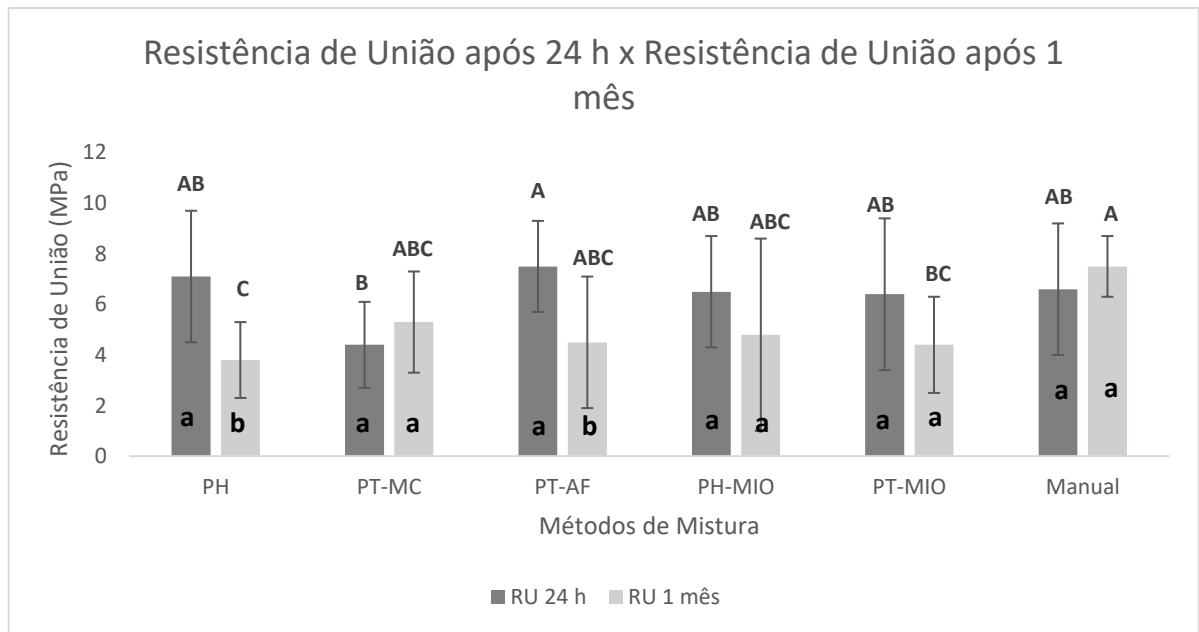
Durante o armazenamento dos corpos-de-prova, alguns espécimes de cimento aderidos ao substrato apresentaram falha de união precoce. Esses cilindros perdidos não foram englobados no cálculo das médias por grupo. Os grupos PT-MIO, PH e PT-MC apresentaram as três maiores porcentagens de perda precoce de espécimes após 24 horas. Após 1 mês de armazenamento, os grupos PT-MC, PH-MIO, PT-AF e Manual apresentaram maior porcentagem de perda de espécimes.

Tabela 4 - Valores médios resistência de união à zircônia (MPa) após 24 horas e 1 mês de armazenamento, seguido pelos seus respectivos desvio-padrão ( $\pm$ ), coeficiente de variação (CV %) e porcentagem de espécimes perdidos para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal); Manual (mistura manual). Letras maiúsculas similares indicam a semelhança estatística entre os grupos experimentais (método/tecnologia de mistura) para o mesmo tempo de armazenamento avaliado. Letras minúsculas similares indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de armazenamento para o mesmo grupo experimental avaliado.

GRUPO	Após 24 horas	CV (%)	% Espécimes perdidos após 24 horas	Após 1 mês	CV (%)	% Espécimes perdidos após 1 mês
<b>PH</b>	7,1 $\pm$ 2,6 <sup>ABa</sup>	37	10	3,8 $\pm$ 1,5 <sup>Cb</sup>	40	1
<b>PT-MC</b>	4,4 $\pm$ 1,7 <sup>Ba</sup>	37	10	5,3 $\pm$ 2,0 <sup>ABCa</sup>	38	10
<b>PT-AF</b>	7,5 $\pm$ 1,8 <sup>Aa</sup>	25	3	4,5 $\pm$ 2,6 <sup>ABCb</sup>	58	2
<b>PH-MIO</b>	6,5 $\pm$ 2,2 <sup>ABa</sup>	34	2	4,8 $\pm$ 3,8 <sup>ABCa</sup>	78	6
<b>PT-MIO</b>	6,4 $\pm$ 3,0 <sup>ABa</sup>	47	11	4,4 $\pm$ 1,9 <sup>BCa</sup>	43	1
<b>Manual</b>	6,6 $\pm$ 2,6 <sup>ABa</sup>	40	3	7,5 $\pm$ 1,2 <sup>Aa</sup>	16	2

Fonte: A autora.

Figura 5 - Valores médios resistência de união (MPa) após 24 horas e 1 mês de armazenamento e desvio-padrão ( $\pm$ ) para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal ); Manual (mistura manual). Letras maiúsculas similares indicam a semelhança estatística entre os grupos experimentais (método/tecnologia de mistura) para o mesmo tempo de armazenamento avaliado. Letras minúsculas similares indicam semelhança estatística entre os diferentes tempos de armazenamento para o mesmo grupo experimental avaliado.

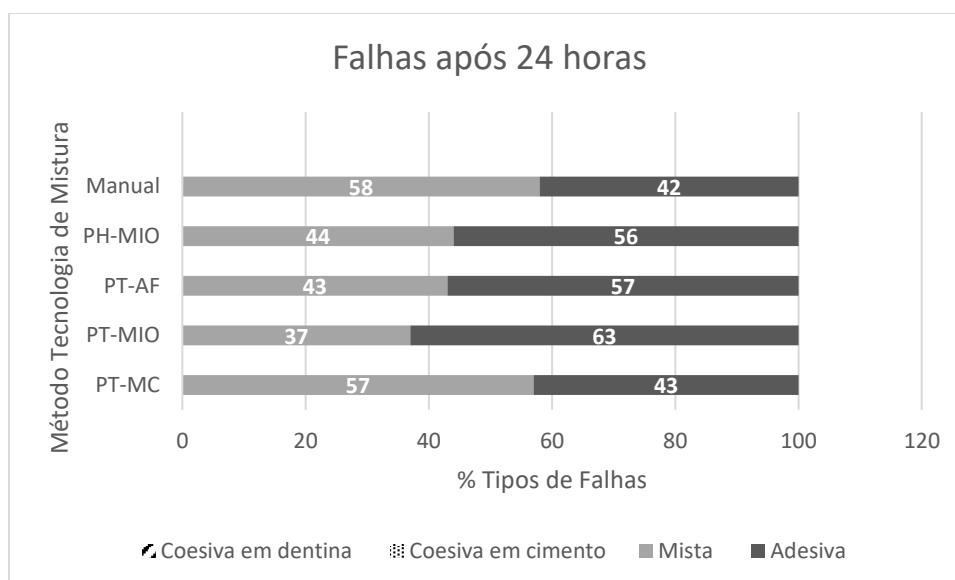


Fonte: A autora.

### 3.3.3 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA EM DENTINA

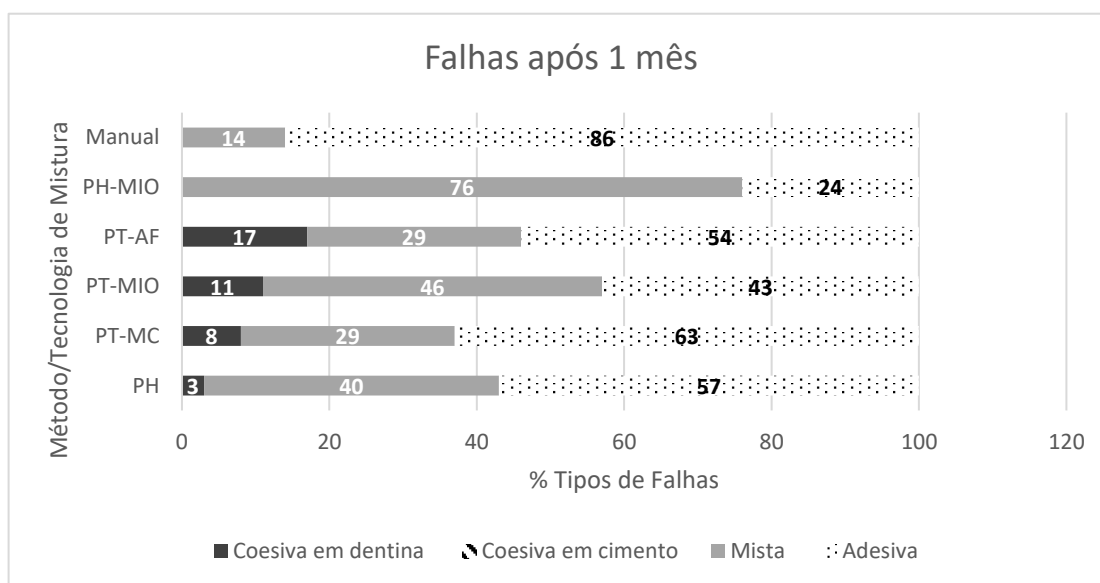
As figuras 6 e 7 apresentam a classificação e a porcentagem das falhas apresentadas após a realização do ensaio de resistência de união após 24 horas e 1 mês de armazenamento. Observa-se que, após 24 horas de armazenamento, houve a predominância de falhas do tipo adesiva e mista. Após 1 mês de armazenamento, observa-se que houve o surgimento do padrão de falha do tipo coesiva em dentina. Contudo, houve uma maior predominância de falhas do tipo adesiva.

Figura 6 - Classificação e quantificação das falhas após o ensaio de resistência de união em dentina após 24 horas de armazenamento para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal ); Manual (mistura manual).



Fonte: A autora.

Figura 7 - Classificação e quantificação das falhas após o ensaio de resistência de união em dentina após 1 mês de armazenamento para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal ); Manual (mistura manual).

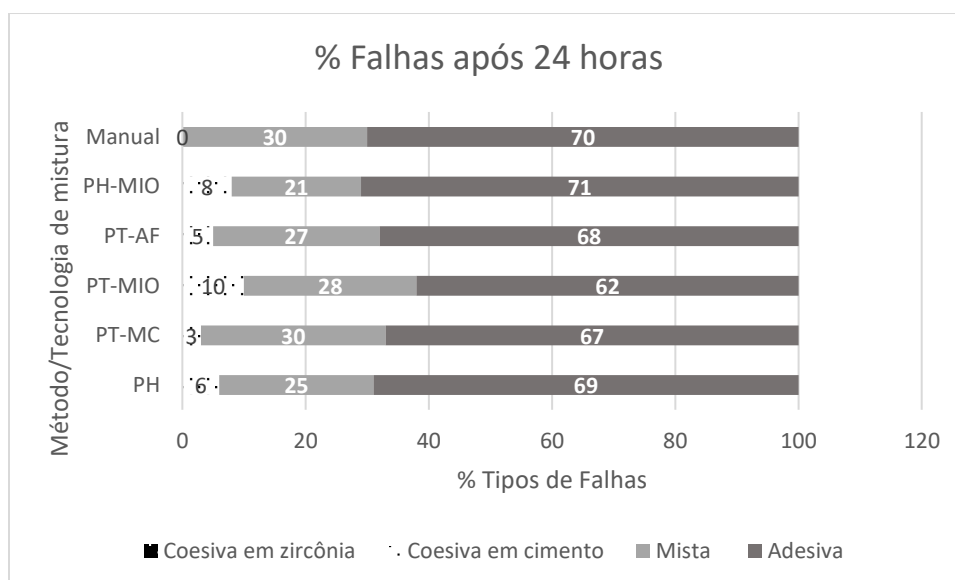


Fonte: A autora.

### 3.3.4 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA EM ZIRCÔNIA

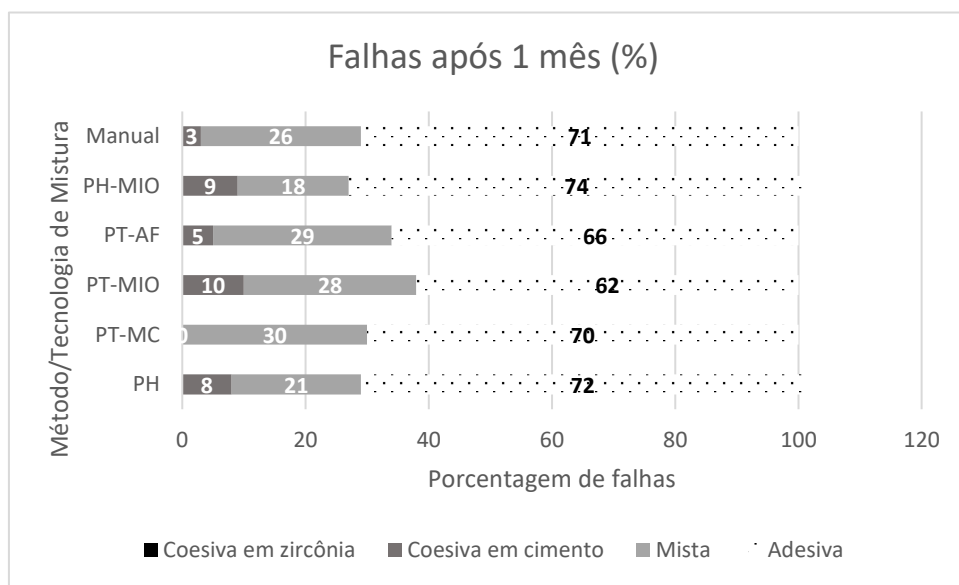
As Figuras 8 e 9 apresentam a classificação e a porcentagem das falhas apresentadas após a realização do ensaio de resistência de união após 24 horas e 1 mês de armazenamento. Após 24 horas de armazenamento, houve a predominância de falhas do tipo adesiva e mista e uma pequena porcentagem de falha do tipo coesiva em cimento. Após 1 mês de armazenamento, observa-se que também houve a predominância de falhas do tipo adesiva e mista e uma pequena porcentagem de falhas do tipo coesiva em cimento. Para ambos os períodos de armazenamento, não houve a presença de falhas do tipo coesiva em zircônia.

Figura 8 - Classificação e quantificação das falhas após o ensaio de resistência de união à zircônia após 24 horas de armazenamento para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal ); Manual (mistura manual).



Fonte: A autora.

Figura 9 - Classificação e quantificação das falhas após o ensaio de resistência de união à zircônia após 1 mês de armazenamento para cada grupo experimental: PT-MC (automistura com ponta misturadora T-Mixer); PH-MIO (automistura com ponta misturadora helicoidal associada a ponta intraoral plástica); PT-AF (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral metálica); PT-MIO (automistura com ponta misturadora T-mixer associada a cânula intraoral plástica); PH (automistura com ponta misturadora helicoidal ); Manual (mistura manual).



Fonte: A autora.

### 3.4 DISCUSSÃO

A hipótese nula I de que o método/tecnologia de mistura do cimento não afeta as propriedades adesivas aos diferentes substratos foi rejeitada, visto que houve influência do método/tecnologia de mistura na resistência de união à dentina após 1 mês de armazenamento e na resistência de união à zircônia em ambos os tempos de medição (24 horas e 1 mês). Após o período de 1 mês de armazenamento, o fator tempo teve efeito sobre os valores de resistência de união para alguns métodos/tecnologia de mistura para ambos os substratos, portanto, a hipótese nula II, de que o fator tempo não interfere nos valores de resistência de união dos substratos, também foi rejeitada.

Esperava-se que o grupo Manual apresentasse as menores médias de resistência de união à dentina em ambos os tempos de medição, visto que a mistura realizada por um dispositivo de automistura deveria incluir menos bolhas do que a

mistura manual e proporcionaria assim uma mistura de cimento mais homogênea (21, 25, 28, 30). Este fato não foi observado no presente estudo para o período de 24 horas de armazenamento uma vez que não houve diferença estatística entre os grupos experimentais. Entretanto, para o tempo de um mês de armazenamento, o grupo helicoidal (PH) resultou em maior resistência de união do que aquela obtida para o grupo Manual. Uma possível justificativa para isso seria o fato de o dispositivo helicoidal incluir menos poros do que o método de mistura manual. Entretanto, a mistura proporcionada pelos outros dispositivos de mistura teria incluído poros na mesma proporção que a mistura manual, por isso não foi detectada diferença estatística entre o grupo manual e os outros grupos com pontas de automistura, com exceção do grupo PH.

A presença de poros na interface adesiva reduz a resistência de união, pois diminui a área de contato/interação entre o substrato e o cimento resinoso (31, 32). Sabe-se que os poros não são formados apenas durante a mistura e inserção do material. Eles podem ser formados à medida que o material envelhece em contato com os fluidos orais, pois a água que penetra no cimento plastifica sua matriz poliméricas, provocando a separação e o lixiviamento de moléculas, causando assim a formação de novos poros. Portanto, o uso da ponta de automistura helicoidal (PH) pode ter reduzido o grau de porosidade da mistura por meio desses dois mecanismos (33-35).

Além disso, outra possível justificativa para o fato de o grupo PH ter apresentado um aumento significativo no valor de resistência de união à dentina após 1 mês, é a capacidade do dispositivo o dispositivo helicoidal (PH) promover uma mistura com pH inicial mais baixo e a sua capacidade de neutralizá-lo que poderia se dar de forma mais efetiva, o que reduziria a sua hidrofilicidade, sorção, solubilidade e, conseqüentemente, a degradação do cimento resinoso (36, 37). Além disso, pode ser considerado o fato de que seu comprimento, geometria e velocidade de extrusão do material podem ter gerado uma mistura inicialmente menos viscosa (27, 38, 39), e, portanto, com maior contato com o substrato, tendo assim maior capacidade de infiltrá-lo e assim criando uma maior retenção micromecânica.

Os dispositivos de automistura permitem que o cimento seja inserido diretamente na estrutura dentária, portanto, as características do cimento recém manipulado pelas pontas são transferidas imediatamente para a estrutura dentária. Já

a mistura manual precisa de tempo para que possa ocorrer a maior interação entre as moléculas e para ser inserido na estrutura dentária, assim as características iniciais do cimento manipulado pela mistura manual podem não ser as mesmas do cimento que entra em contato com a estrutura dentária. O mecanismo de presa ao longo desse tempo pode afetar seu pH inicial e a capacidade de penetração nas irregularidades criadas após a desmineralização.

Silva et al. (2019) avaliaram o efeito do método de mistura e inserção de cimentos resinosos na resistência de união de pinos intrarradiculares. Neste estudo foram utilizadas as pontas de geometria interna helicoidal, sendo uma sem a ponta intraoral acessória (PH) e a outra com ponta intraoral plástica acoplada (PH-MIO) como 2 dos 4 grupos experimentais avaliados. O estudo mostrou que o uso de dispositivos de automistura em comparação ao método de mistura manual provocou um aumento estatisticamente significativo na resistência união do pino de fibra de vidro. Contudo, o tipo de tecnologia de automistura, helicoidal sem ponta intraoral acessória e helicoidal com ponta intraoral acessória, não teve influência nos valores de resistência de união para todos os cimentos testados, sendo um deles o seT PP. Dessa forma, infere-se que, para o parâmetro resistência de união, a presença ou não da ponta intraoral acessória não teve diferença estatística significativa (23). Os resultados obtidos no presente estudo para resistência de união à dentina após 24 horas corroboram com os achados de Silva et al (2019), visto que o método/tecnologia de automistura não teve efeito nos valores de resistência de união para o cimento seT PP neste período de armazenamento. Para o período de armazenamento de 1 mês, com exceção do grupo PH e Manual, o mesmo fenômeno foi observado.

A dentina é um substrato heterogêneo, portanto já era esperado uma maior variabilidade nas médias de resistência de união como mostrado por outros estudos (40, 41). Os baixos valores médios de resistência de união neste estudo podem estar associados ao pH do cimento resinoso seT PP, o qual pode não ter sido ácido o suficiente para desmineralizar e infiltrar a área desmineralizada do substrato ou ainda pode ser relacionada à incapacidade de neutralizá-lo, o que justificaria a alta porcentagem de perda precoce dos espécimes (30, 42).



Com relação à adesão à zircônia, por ser uma cerâmica policristalina, não é possível apenas aplicar o cimento resinoso na superfície da zircônia como no caso da dentina. Portanto, foi necessário realizar um tratamento de superfície previamente à sua aplicação. O tratamento triboquímico associado a aplicação do primer cerâmico foi escolhido devido à sua consolidada efetividade na literatura (43, 44). A zircônia precisa que o cimento se ligue quimicamente com os óxidos formados na sua superfície provenientes do MDP e, posteriormente seja neutralizado para que o cimento adquira características hidrofóbicas e, conseqüentemente, tenha menor capacidade de sorção e solubilidade de seu conteúdo (37, 44-46)

A diferença observada entre os grupos PT-AF e PT-MC quanto à resistência de união à zircônia após 24 horas pode estar associada à presença da cânula intraoral metálica no grupo PT-AF, visto que ambos os dispositivos utilizam a tecnologia T-Mixer. A cânula metálica possui um diâmetro de 0,8 mm (Tabela 1), o que proporcionaria uma maior pressão interna, maior comprimento e conseqüentemente tempo de mistura e a menor passagem de ar (27), proporcionando uma mistura mais homogênea, com menor grau de porosidade e maior velocidade na neutralização do pH.

Após 1 mês de armazenamento, a diferença entre os métodos/tecnologias de mistura passou a ser entre os grupos Manual e PH. Essa diferença pode estar relacionada ao fato de a mistura Manual ter proporcionado uma estabilidade no valor de resistência de união, a qual pode ter sido gerada pelo fato de permitir maior tempo de interação entre as moléculas do cimento durante a manipulação, resultando em uma mistura mais homogênea (27, 39). A tecnologia helicoidal proporcionou um alto valor inicial de resistência de união, mas o mesmo sofreu redução significativamente após o armazenamento, indicando o alto efeito da degradação hidrolítica para esse grupo. Isso poderia ser explicado pelo fato de a ponta helicoidal não ter proporcionado uma mistura homogênea com maior interação entre a superfície modificada da zircônia e o cimento resinoso (33), o que acarretaria em maior dificuldade em neutralizar o pH, resultando em uma maior sorção/solubilidade e degradação da adesão, visto que no caso da cerâmica, não haverá a liberação de minerais provenientes da desmineralização do substrato dentário que auxiliará na neutralização dos monômeros ácidos como no caso da dentina (36, 37, 45, 47).

Pode-se observar que para ambos os substratos, dentina e zircônia, houve a predominância das falhas do tipo adesiva e mista, de modo que pode-se inferir que o cimento avaliado apresenta não apenas uma baixa capacidade adesiva, como já discutido anteriormente, e reforçado pela alta porcentagem de perda precoce de tubos, mas também que a utilização do método de mistura não foi capaz de solucionar problemas com relação a interação química das pastas constituintes do cimento devido à alta incidência de falhas coesivas.

### 3.5 CONCLUSÕES

- O método/tecnologia de mistura não teve efeito sobre os valores de resistência de união à dentina após 24 horas;
- Após 1 mês de armazenamento, o grupo no qual foi utilizada a tecnologia helicoidal (PH) apresentou valor de resistência de união significativamente maior que o do grupo no qual foi realizada a mistura manual;
- O fator tempo teve influência sobre os valores de resistência de união à dentina, uma vez que o grupo no qual foi utilizada a ponta com tecnologia helicoidal (PH) apresentou aumento significativo após o 1 mês armazenamento e o grupo no qual foi realizada a mistura manual apresentou redução significativa no valor de resistência de união. Entretanto, para os demais métodos/tecnologias de mistura, o fator tempo não teve efeito sobre os valores de resistência de união à dentina após 1 mês;
- Com relação à resistência de união à zircônia após 24 horas, o grupo no qual foi utilizada a tecnologia T-mixer associada à cânula intraoral metálica (PT-AF) apresentou valor significativamente maior do que o do grupo que utilizou a tecnologia T-mixer sem ponta acessória (PT-MC);
- Com relação à resistência de união à zircônia, após 1 mês de armazenamento, o grupo no qual foi realizada mistura manual apresentou resistência de união significativamente maior do que as dos grupos no qual foi utilizada a ponta com tecnologia T-mixer com ponta intraoral plástica associada (PT-MIO) e a ponta helicoidal sem ponta intraoral acessória (PH);

- O fator tempo teve influência sobre os valores de resistência de união à zircônia uma vez que os grupos nos quais foram utilizadas a ponta helicoidal sem ponta acessória (PH) e a ponta com tecnologia T-mixer com cânula intraoral metálica acoplada (PT-AF) apresentaram redução significativa nos valores após 1 mês de armazenamento;
- Independentemente do substrato avaliado, dentina ou zircônia, as falhas foram do tipo adesiva, coesiva ou mista.

## REFERÊNCIAS

1. Montoya C, Arango-Santander S, Peláez-Vargas A, Arola D, Ossa EA. Effect of aging on the microstructure, hardness and chemical composition of dentin. *Arch Oral Biol.* 2015;60(12):1811-20.
2. Mjör IA. Dentin permeability: the basis for understanding pulp reactions and adhesive technology. *Braz Dent J.* 2009;20(1):3-16.
3. Caiado AC, de Goes MF, de Souza-Filho FJ, Rueggeberg FA. The effect of acid etchant type and dentin location on tubular density and dimension. *J Prosthet Dent.* 2010;103(6):352-61.
4. Mazzoni A, Tjäderhane L, Checchi V, Di Lenarda R, Salo T, Tay FR, et al. Role of dentin MMPs in caries progression and bond stability. *J Dent Res.* 2015;94(2):241-51.
5. Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med.* 1997;8(3):306-35.
6. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J Adhes Dent.* 2020;22(1):7-34.
7. Manso AP, Carvalho RM. Dental Cements for Luting and Bonding Restorations: Self-Adhesive Resin Cements. *Dent Clin North Am.* 2017;61(4):821-34.
8. Weiser F, Behr M. Self-adhesive resin cements: a clinical review. *J Prosthodont.* 2015;24(2):100-8.
9. Zhang Y, Kelly JR. Dental Ceramics for Restoration and Metal Veneering. *Dent Clin North Am.* 2017;61(4):797-819.
10. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res.* 2013;57(4):236-61.
11. Zhang Y, Lawn BR. Novel Zirconia Materials in Dentistry. *J Dent Res.* 2018;97(2):140-7.
12. Kwon SM, Min BK, Kim YK, Kwon TY. Influence of Sandblasting Particle Size and Pressure on Resin Bonding Durability to Zirconia: A Residual Stress Study. *Materials (Basel).* 2020;13(24).
13. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent.* 2015;17(1):7-26.
14. Scaminaci Russo D, Cinelli F, Sarti C, Giachetti L. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Current Conditioning Methods and Bonding Materials. *Dent J (Basel).* 2019;7(3).
15. Cheung GJ, Botelho MG. Zirconia Surface Treatments for Resin Bonding. *J Adhes Dent.* 2015;17(6):551-8.
16. Simões TC, Luque-Martinez Í, Moraes RR, Sá A, Loguercio AD, Moura SK. Longevity of Bonding of Self-adhesive Resin Cement to Dentin. *Oper Dent.* 2016;41(3):E64-72.

17. Sarkis-Onofre R, Skupien JA, Cenci MS, Moraes RR, Pereira-Cenci T. The role of resin cement on bond strength of glass-fiber posts luted into root canals: a systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *Oper Dent.* 2014;39(1):E31-44.
18. Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil.* 2011;38(4):295-314.
19. Chávez-Lozada J, Urquía-Morales C. In-vitro evaluation of bond strength of four self-etching cements. *Acta Odontol Latinoam.* 2017;30(3):101-8.
20. Behr M, Rosentritt M, Loher H, Handel G. Effect of variations from the recommended powder/liquid ratio on some properties of resin-modified cements. *Acta Odontol Scand.* 2006;64(4):214-20.
21. Nomoto R, Komoriyama M, McCabe JF, Hirano S. Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement. *Dent Mater.* 2004;20(10):972-8.
22. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Altitnchi A, Ahmed SN, Donovan TE. Mechanical properties of resin-based cements with different dispensing and mixing methods. *J Prosthet Dent.* 2018;119(6):1007-13.
23. Silva NRD, Rodrigues MP, Bicalho AA, Soares PBF, Price RB, Soares CJ. Effect of Resin Cement Mixing and Insertion Method into the Root Canal on Cement Porosity and Fiberglass Post Bond Strength. *J Adhes Dent.* 2019;21(1):37-46.
24. Matsunaga T, Nishino K. Swirl-inducing inlet for passive micromixers. *RSC Advances.* 2014;4(2):824-9.
25. Farahinia A, Zhang WJ. Numerical investigation into the mixing performance of micro T-mixers with different patterns of obstacles. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering.* 2019;41(11):491.
26. Ansari MA, Kim KY, Kim SM. Numerical and Experimental Study on Mixing Performances of Simple and Vortex Micro T-Mixers. *Micromachines (Basel).* 2018;9(5).
27. Zhang J, Luo X. Mixing Performance of a 3D Micro T-Mixer with Swirl-Inducing Inlets and Rectangular Constriction. *Micromachines (Basel).* 2018;9(5).
28. Liu RH, Stremler MA, Sharp KV, Olsen MG, Santiago JG, Adrian RJ et al. Passive mixing in a three-dimensional serpentine microchannel. *Journal of Microelectromechanical Systems.* 2000 Jun;9(2):190-197. doi: 10.1109/84.846699
29. Albuquerque PPAC, Duarte MFB, Moreno MBP, Schneider LFJ, Moraes RR, Cesar PF, et al. Physicochemical Properties and Microshear Bond Strength of Experimental Self-adhesive Resin Cements to Dentin or Yttria-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal. *J Adhes Dent.* 2019;21(2):133-41.
30. Almeida CM, Meereis CTW, Leal FB, Ogliari AO, Piva E, Ogliari FA. Evaluation of long-term bond strength and selected properties of self-adhesive resin cements. *Braz Oral Res.* 2018;32:e15.

31. Da Silva NR, Aguiar GC, Rodrigues MeP, Bicalho AA, Soares PB, Veríssimo C, et al. Effect of Resin Cement Porosity on Retention of Glass-Fiber Posts to Root Dentin: An Experimental and Finite Element Analysis. *Braz Dent J.* 2015;26(6):630-6.
32. Liebermann A, Ilie N, Roos M, Stawarczyk B. Effect of storage medium and aging duration on mechanical properties of self-adhesive resin-based cements. *J Appl Biomater Funct Mater.* 2017;15(3):e206-e14.
33. Chen C, Chen Y, Lu Z, Qian M, Xie H, Tay FR. The effects of water on degradation of the zirconia-resin bond. *J Dent.* 2017;64:23-9.
34. Reis A, Carrilho M, Breschi L, Loguercio AD. Overview of clinical alternatives to minimize the degradation of the resin-dentin bonds. *Oper Dent.* 2013;38(4):E1-E25.
35. Roberts H, Fuentealba R, Brewster J. Microtomographic Analysis of Resin Composite Core Material Porosity. *J Prosthodont.* 2020;29(7):623-30.
36. Roedel L, Bednarzig V, Belli R, Petschelt A, Lohbauer U, Zorzin J. Self-adhesive resin cements: pH-neutralization, hydrophilicity, and hygroscopic expansion stress. *Clin Oral Investig.* 2017;21(5):1735-41.
37. Zorzin J, Petschelt A, Ebert J, Lohbauer U. pH neutralization and influence on mechanical strength in self-adhesive resin luting agents. *Dent Mater.* 2012;28(6):672-9.
38. Jamshed W, Eid MR, Aissa A, Mourad A, Nisar KS, Shahzad F, et al. Partial velocity slip effect on working magneto non-Newtonian nanofluids flow in solar collectors subject to change viscosity and thermal conductivity with temperature. *PLoS One.* 2021;16(11):e0259881.
39. Li L, Chen Q, Sui G, Qian J, Tsai CT, Cheng X, et al. A Three-Dimensional Micromixer Using Oblique Embedded Ridges. *Micromachines (Basel).* 2021;12(7).
40. Perdigão J. Current perspectives on dental adhesion: (1) Dentin adhesion - not there yet. *Jpn Dent Sci Rev.* 2020;56(1):190-207.
41. Miotti LL, Follak AC, Montagner AF, Pozzobon RT, da Silveira BL, Susin AH. Is Conventional Resin Cement Adhesive Performance to Dentin Better Than Self-adhesive? A Systematic Review and Meta-Analysis of Laboratory Studies. *Oper Dent.* 2020;45(5):484-95.
42. Costa LA, Carneiro KK, Tanaka A, Lima DM, Bauer J. Evaluation of pH, ultimate tensile strength, and micro-shear bond strength of two self-adhesive resin cements. *Braz Oral Res.* 2014;28:1-7.
43. Comino-Garayoa R, Peláez J, Tobar C, Rodríguez V, Suárez MJ. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Surface Pretreatments and Resin Cements. *Materials (Basel).* 2021;14(11).
44. Go EJ, Shin Y, Park JW. Evaluation of the Microshear Bond Strength of MDP-containing and Non-MDP-containing Self-adhesive Resin Cement on Zirconia Restoration. *Oper Dent.* 2019;44(4):379-85.
45. Zorzin J, Belli R, Wagner A, Petschelt A, Lohbauer U. Self-adhesive resin cements: adhesive performance to indirect restorative ceramics. *J Adhes Dent.* 2014;16(6):541-6.

46. Kintopp CCA, Furuse AY, Costa RM, Lucena FS, Correr GM, Gonzaga CC. Influence of acidic monomer concentration and application mode on the bond strength of experimental adhesives. *Braz Oral Res.* 2020;34:e105.
47. Leal CL, Queiroz A, Foxton RM, Argolo S, Mathias P, Cavalcanti AN. Water Sorption and Solubility of Luting Agents Used Under Ceramic Laminates With Different Degrees of Translucency. *Oper Dent.* 2016;41(5):E141-E8.

## REFERÊNCIAS <sup>1</sup>

1. Manso AP, Carvalho RM. Dental Cements for Luting and Bonding Restorations: Self-Adhesive Resin Cements. *Dent Clin North Am.* 2017;61(4):821-34.
2. Hill EE. Dental cements for definitive luting: a review and practical clinical considerations. *Dent Clin North Am.* 2007;51(3):643-58, vi.
3. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent.* 1998; 80(3):280-301.
4. Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. *Phillips Materiais Dentários*. Tradução de R Braga e C.S Pfeifer. 12<sup>a</sup> ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2013. p. 329
5. Modena KC, Casas-Apayco LC, Atta MT, Costa CA, Hebling J, Sipert CR, et al. Cytotoxicity and biocompatibility of direct and indirect pulp capping materials. *J Appl Oral Sci.* 2009;17(6):544-54.
6. Hernandez DK, Arrais CA, Lima E, Cesar PF, Rodrigues JA. Influence of resin cement shade on the color and translucency of ceramic veneers. *J Appl Oral Sci.* 2016;24(4):391-6.
7. Lee SM, Choi YS. Effect of ceramic material and resin cement systems on the color stability of laminate veneers after accelerated aging. *J Prosthet Dent.* 2018;120(1):99-106.
8. Marchionatti AME, Wandscher VF, May MM, Bottino MA, May LG. Color stability of ceramic laminate veneers cemented with light-polymerizing and dual-polymerizing luting agent: A split-mouth randomized clinical trial. *J Prosthet Dent.* 2017;118(5):604-10.
9. Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil.* 2011;38(4):295-314.

---

<sup>1</sup> De acordo com estilo Vancouver.



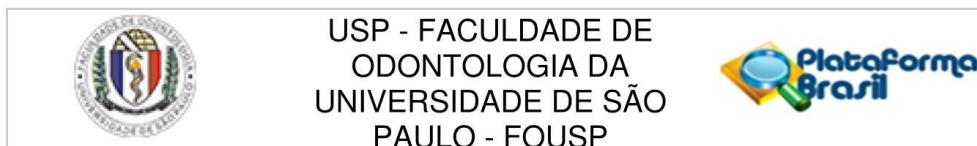
10. Shim JS, Kang JK, Jha N, Ryu JJ. Polymerization Mode of Self-Adhesive, Dual-Cured Dental Resin Cements Light Cured Through Various Restorative Materials. *J Esthet Restor Dent*. 2017;29(3):209-14.
11. Frassetto A, Navarra CO, Marchesi G, Turco G, Di Lenarda R, Breschi L, et al. Kinetics of polymerization and contraction stress development in self-adhesive resin cements. *Dent Mater*. 2012;28(9):1032-9.
12. Pilo R, Papadogiannis D, Zinelis S, Eliades G. Setting characteristics and mechanical properties of self-adhesive resin luting agents. *Dent Mater*. 2017;33(3):344-57.
13. Pan Y, Xu X, Sun F, Meng X. Surface morphology and mechanical properties of conventional and self-adhesive resin cements after aqueous aging. *J Appl Oral Sci*. 2018;27:e20170449.
14. Miotti LL, Follak AC, Montagner AF, Pozzobon RT, da Silveira BL, Susin AH. Is Conventional Resin Cement Adhesive Performance to Dentin Better Than Self-adhesive? A Systematic Review and Meta-Analysis of Laboratory Studies. *Oper Dent*. 2020.
15. Ilie N, Simon A. Effect of curing mode on the micro-mechanical properties of dual-cured self-adhesive resin cements. *Clin Oral Investig*. 2012;16(2):505-12.
16. Bitter K, Maletic A, Neumann K, Breschi L, Sterzenbach G, Taschner M. Adhesive Durability Inside the Root Canal Using Self-adhesive Resin Cements for Luting Fiber Posts. *Oper Dent*. 2017;42(6):E167-E76.
17. Furuichi T, Takamizawa T, Tsujimoto A, Miyazaki M, Barkmeier WW, Latta MA. Mechanical Properties and Sliding-impact Wear Resistance of Self-adhesive Resin Cements. *Oper Dent*. 2016;41(3):E83-92.
18. Sousa SJL, Poubel DLDN, Rezende LVML, Almeida FT, de Toledo IP, Garcia FCP. Early clinical performance of resin cements in glass-ceramic posterior restorations in adult vital teeth: A systematic review and meta-analysis. *J Prosthet Dent*. 2020;123(1):61-70.
19. Rodrigues RV, Sampaio CS, Pacheco RR, Pascon FM, Puppini-Rontani RM, Giannini M. Influence of adhesive cementation systems on the bond strength of relined fiber posts to root dentin. *J Prosthet Dent*. 2017;118(4):493-9.

20. Pulido CA, de Oliveira Franco AP, Gomes GM, Bittencourt BF, Kalinowski HJ, Gomes JC, et al. An in situ evaluation of the polymerization shrinkage, degree of conversion, and bond strength of resin cements used for luting fiber posts. *J Prosthet Dent.* 2016;116(4):570-6.
21. Da Silva NR, Aguiar GC, Rodrigues MeP, Bicalho AA, Soares PB, Veríssimo C, et al. Effect of Resin Cement Porosity on Retention of Glass-Fiber Posts to Root Dentin: An Experimental and Finite Element Analysis. *Braz Dent J.* 2015;26(6):630-6.
22. Liebermann A, Ilie N, Roos M, Stawarczyk B. Effect of storage medium and aging duration on mechanical properties of self-adhesive resin-based cements. *J Appl Biomater Funct Mater.* 2017;15(3):e206-e14.
23. Behr M, Rosentritt M, Loher H, Kolbeck C, Trempler C, Stemplinger B, et al. Changes of cement properties caused by mixing errors: the therapeutic range of different cement types. *Dent Mater.* 2008;24(9):1187-93.
24. Buegers R, Hahnel S, Reischl U, Mueller R, Rosentritt M, Handel G, et al. Streptococcal adhesion to various luting systems and the role of mixing errors. *Acta Odontol Scand.* 2009;67(3):139-45.
25. Fleming GJ, Marquis PM, Shortall AC. The influence of clinically induced variability on the distribution of compressive fracture strengths of a hand-mixed zinc phosphate dental cement. *Dent Mater.* 1999;15(2):87-97.
26. Behr M, Rosentritt M, Loher H, Handel G. Effect of variations from the recommended powder/liquid ratio on some properties of resin-modified cements. *Acta Odontol Scand.* 2006;64(4):214-20.
27. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Altinchi A, Ahmed SN, Donovan TE. Effect of Resin-modified Glass Ionomer Cement Dispensing/Mixing Methods on Mechanical Properties. *Oper Dent.* 2018;43(4):E158-E65.
28. Nomoto R, Komoriyama M, McCabe JF, Hirano S. Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement. *Dent Mater.* 2004;20(10):972-8.
29. Sadighpour L, Fazel A, Geramipanah F, Allahdadi M. Effect of Resin Cement Mixing Method on the Retention Strength of a CAD/CAM Zirconia Crowns. *J Indian Prosthodont Soc.* 2014;14(Suppl 1):31-6.

30. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Altitnchi A, Ahmed SN, Donovan TE. Mechanical properties of resin-based cements with different dispensing and mixing methods. *J Prosthet Dent.* 2018;119(6):1007-13.
31. Shiratori FK, Valle AL, Pegoraro TA, Carvalho RM, Pereira JR. Influence of technique and manipulation on self-adhesive resin cements used to cement intraradicular posts. *J Prosthet Dent.* 2013;110(1):56-60.
32. Skupien JA, Sarkis-Onofre R, Cenci MS, Moraes RR, Pereira-Cenci T. A systematic review of factors associated with the retention of glass fiber posts. *Braz Oral Res.* 2015;29.
33. Zhang J, Luo X. Mixing Performance of a 3D Micro T-Mixer with Swirl-Inducing Inlets and Rectangular Constriction. *Micromachines (Basel).* 2018;9(5).
34. Matsunaga T, Nishino K. Swirl-inducing inlet for passive micromixers. *RSC Advances.* 2014;4(2):824-9.
35. Farahinia A, Zhang WJ. Numerical investigation into the mixing performance of micro T-mixers with different patterns of obstacles. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering.* 2019;41(11):491.
36. Liu RH, Stremmer MA, Sharp KV, Olsen MG, Santiago JG, Adrian RJ et al. Passive mixing in a three-dimensional serpentine microchannel. *Journal of Microelectromechanical Systems.* 2000 Jun;9(2):190-197.
37. Cesar PF, Francci CE. Saving material with self-mixing methods for precision impressions with addition silicones. *Rev Assoc Paul Cir Dent [Internet].* 2019;73(4):374-378.
38. Almeida CM, Meereis CTW, Leal FB, Ogliaeri AO, Piva E, Ogliaeri FA. Evaluation of long-term bond strength and selected properties of self-adhesive resin cements. *Braz Oral Res.* 2018;32:e15.
39. Bayazit E. Microtensile Bond Strength of Self-Adhesive Resin Cements to CAD/CAM Resin-Matrix Ceramics Prepared with Different Surface Treatments. *Int J Prosthodont.* 2019;32(32):433-8.
40. Chávez-Lozada J, Urquía-Morales C. In-vitro evaluation of bond strength of four self-etching cements. *Acta Odontol Latinoam.* 2017;30(3):101-8.

41. Pashley DH. Clinical correlations of dentin structure and function. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1991;66(6):777-81.
42. Goldberg M, Kulkarni AB, Young M, Boskey A. Dentin: structure, composition and mineralization. *Front Biosci (Elite Ed)*. 2011;3(2):711-35.
43. Roedel L, Bednarzig V, Belli R, Petschelt A, Lohbauer U, Zorzin J. Self-adhesive resin cements: pH-neutralization, hydrophilicity, and hygroscopic expansion stress. *Clin Oral Investig*. 2017;21(5):1735-41.
44. Costa LA, Carneiro KK, Tanaka A, Lima DM, Bauer J. Evaluation of pH, ultimate tensile strength, and micro-shear bond strength of two self-adhesive resin cements. *Braz Oral Res*. 2014;28:1-7.
45. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res*. 2013;57(4):236-61.
46. Zhang Y, Lawn BR. Evaluating dental zirconia. *Dent Mater*. 2019;35(1):15-23.
47. Silva LHD, Lima E, Miranda RBP, Favero SS, Lohbauer U, Cesar PF. Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. *Braz Oral Res*. 2017;31(suppl 1):e58.
48. Kwon SM, Min BK, Kim YK, Kwon TY. Influence of Sandblasting Particle Size and Pressure on Resin Bonding Durability to Zirconia: A Residual Stress Study. *Materials (Basel)*. 2020;13(24).
49. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent*. 2015;17(1):7-26.
50. Scaminaci Russo D, Cinelli F, Sarti C, Giachetti L. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Current Conditioning Methods and Bonding Materials. *Dent J (Basel)*. 2019;7(3).
51. Cheung GJ, Botelho MG. Zirconia Surface Treatments for Resin Bonding. *J Adhes Dent*. 2015;17(6):551-8.

## ANEXO A – Parecer Comitê de Ética em Pesquisa



**PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP**

**DADOS DO PROJETO DE PESQUISA**

**Título da Pesquisa:** Efeito da tecnologia de automistura de um cimento resinoso na resistência de união à dentina

**Pesquisador:** KARINA FELIX SANTOS

**Área Temática:**

**Versão:** 2

**CAAE:** 52561321.0.0000.0075

**Instituição Proponente:** Universidade de São Paulo - Faculdade de Odontologia

**Patrocinador Principal:** Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

**DADOS DO PARECER**

**Número do Parecer:** 5.150.318

**Apresentação do Projeto:**

As informações elencadas neste campo foram retiradas do arquivo >> Informações Básicas da Pesquisa >>(PB\_INFORMAÇÕES\_BÁSICAS\_DO\_PROJETO\_"Efeito da tecnologia de automistura de um cimento resinoso na resistência de união à dentina", de 09/11/2021

**RESUMO:** Estudo in-vitro. O objetivo geral do trabalho será avaliar a resistência de união e o padrão de falha de um cimento resinoso dual autoadesivo à dentina em função de diferentes métodos de mistura e do período de armazenamento.

**HIPÓTESE:**A hipótese nula é que as diferentes estratégias de mistura do cimento e o tempo de armazenamento não afetam a resistência de união à dentina nem o seu padrão de fratura.

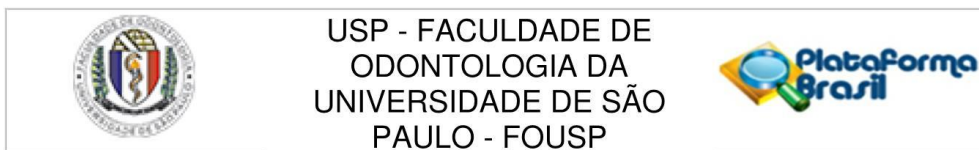
**METODOLOGIA:** cento e quarenta e quatro dentes serão selecionados [oriundos de Biobanco] Serão produzidos 6 grupos experimentais, a partir do preparo dos espécimes resultantes da secção dos dentes. Metade dos espécimes será armazenada durante 24 horas e a outra metade durante 1 mês em água deionizada em um recipiente à prova de luz em uma estufa a 37°C. Após os períodos de armazenamento, o teste de resistência de união será feito por ensaio de cisalhamento e, posteriormente, será feita a análise do padrão de fratura.

**CRITÉRIOS DE INCLUSÃO:** dentes 3<sup>os</sup> molares superiores e inferiores cedidos por Biobanco.

**Objetivo da Pesquisa:**

As informações elencadas neste campo foram retiradas do arquivo >> Informações Básicas da

**Endereço:** Av Prof Lineu Prestes 2227 - 1º andar, sala 02 da administração  
**Bairro:** Cidade Universitária **CEP:** 05.508-900  
**UF:** SP **Município:** SAO PAULO  
**Telefone:** (11)3091-7960 **Fax:** (11)3091-7960 **E-mail:** cepfo@usp.br



Continuação do Parecer: 5.150.318

Pesquisa >>(PB\_INFORMAÇÕES\_BÁSICAS\_DO\_PROJETO\_"Efeito da tecnologia de automistura de um cimento resinoso na resistência de união à dentina", de 09/11/2021.

O objetivo específico desse trabalho será avaliar a resistência de união à dentina de um cimento resinoso dual, auto-adesivo e auto-condicionante, e o modo de fratura dos espécimes em função do período de armazenamento e da técnica de manipulação, que ocorrerá por meio de seis diferentes estratégias de mistura.

**Avaliação dos Riscos e Benefícios:**

As informações elencadas neste campo foram retiradas do arquivo >> Informações Básicas da Pesquisa >>(PB\_INFORMAÇÕES\_BÁSICAS\_DO\_PROJETO\_"Efeito da tecnologia de automistura de um cimento resinoso na resistência de união à dentina",de 09/11/2021:

**RISCOS:** O presente estudo apresenta riscos mínimos aos pacientes, visto que serão utilizados dentes extraídos previamente e cedidos por intermédio do Biobanco de Dentes da FOUSP, de modo que os doadores assim como a razão da extração do órgão dentário não serão identificados. Contudo, caso haja o conhecimento a respeito de possível identificação de algum doador, caracterizando um risco ao mesmo, o fato será comunicado ao CEP/CONEP para avaliar o caso em questão e ser tomada as devidas providências em relação ao andamento do estudo e ser fornecida a assistência integral ao participante.  
**BENEFÍCIOS:** O estudo permitirá a identificação de metodologias de mistura de cimentos resinosos que proporcionem uma maior resistência de união à estrutura dentinária ou ainda a identificação de similaridade de força de união, tendo em vista a ampla gama de dispositivos de automistura disponíveis no mercado odontológico.

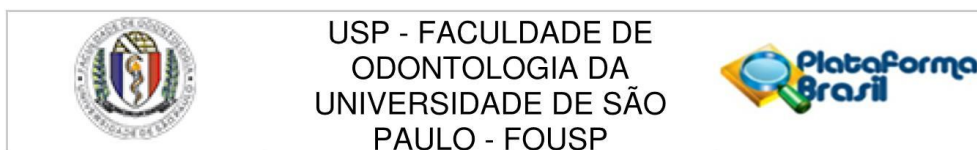
**Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:**

- 1\_ Estudo Nacional, unicêntrico, prospectivo, não-randomizado.
- 3\_Patrocinador: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo - FOUSP
- 4\_País de Origem: Brasil
- 5\_Número de participantes incluídos no Brasil: 144 dentes oriundos de Biobanco.
- 6\_Centros de Pesquisa no Brasil: FOUSP
- 7\_Armazenamento de amostras em banco de material biológico no Brasil e fora: Não
- 8\_Previsão de início e encerramento do estudo: 01/02/2022 a 13/06/2022

**Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:**

Os seguintes documentos foram apresentados:

<b>Endereço:</b> Av Prof Lineu Prestes 2227 - 1º andar , sala 02 da administração			
<b>Bairro:</b> Cidade Universitária	<b>CEP:</b> 05.508-900		
<b>UF:</b> SP	<b>Município:</b> SAO PAULO		
<b>Telefone:</b> (11)3091-7960	<b>Fax:</b> (11)3091-7960	<b>E-mail:</b> cepfo@usp.br	



Continuação do Parecer: 5.150.318

Folha de Rosto: 21/09/2021  
 PB- Informações Básicas do Projeto: 069/11/2021  
 Projeto Detalhado: 09/11/2021  
 Declaração de autorização de Biobanco: 06/10/2021  
 Declaração de Instituição e Infraestrutura: 17/09/2021  
 Declaração dos Pesquisadores: 17/09/2021  
 Carta-resposta ao CEP: 09/11/2021

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

Respostas as Pendências do parecer 5.086.572:

1\_Adequar cronograma: PENDÊNCIA ATENDIDA - VIDE Carta-resposta ao CEP, de 09/11/2021, PB\_INFORMAÇÕES\_BÁSICAS\_DO\_PROJETO\_1825585.pdf de 09/11/2021 e Projeto\_oficial\_Plataforma\_Brasil\_corrigeido.pdf de 09/11/2021  
 2\_Rever o item "Riscos": PENDÊNCIA ATENDIDA - VIDE Carta-resposta ao CEP, de 09/11/2021, PB\_INFORMAÇÕES\_BÁSICAS\_DO\_PROJETO\_1825585.pdf de 09/11/2021 e Projeto\_oficial\_Plataforma\_Brasil\_corrigeido.pdf de 09/11/2021

**Considerações Finais a critério do CEP:**

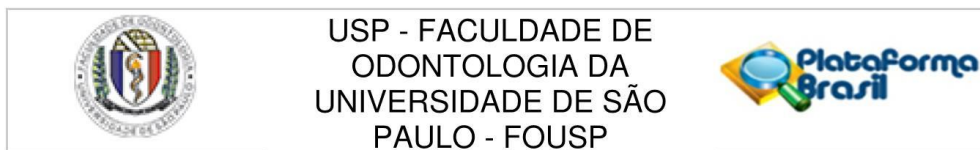
Ressalta-se que cabe ao pesquisador responsável encaminhar os relatórios parciais e final da pesquisa, por meio da Plataforma Brasil, via notificação do tipo "relatório" para que sejam devidamente apreciados no CEP, conforme Norma Operacional CNS nº 001/13, item XI.2.d.

Qualquer alteração no projeto original deve ser apresentada "EMENDA", por meio da Plataforma Brasil, de forma objetiva e com justificativas para nova apreciação (Norma Operacional 001/2013 – letra H).

**Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:**

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_1825585.pdf	09/11/2021 14:04:47		Aceito
Outros	Projeto_oficial_Plataforma_Brasil_corr	09/11/2021	KARINA FELIX	Aceito

**Endereço:** Av Prof Lineu Prestes 2227 - 1º andar , sala 02 da administração  
**Bairro:** Cidade Universitária **CEP:** 05.508-900  
**UF:** SP **Município:** SAO PAULO  
**Telefone:** (11)3091-7960 **Fax:** (11)3091-7960 **E-mail:** cepfo@usp.br



Continuação do Parecer: 5.150.318

Outros	igido.pdf	14:04:16	SANTOS	Aceito
Outros	Carta_Resposta_ao_CEP.pdf	09/11/2021 14:02:17	KARINA FELIX SANTOS	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	Projeto_oficial_Plataforma_Brasil.pdf	06/10/2021 21:19:15	KARINA FELIX SANTOS	Aceito
Declaração de Manuseio Material Biológico / Biorepositório / Biobanco	autorizacao_biobanco.pdf	06/10/2021 16:22:35	KARINA FELIX SANTOS	Aceito
Folha de Rosto	Folha_de_rosto.pdf	21/09/2021 17:27:58	KARINA FELIX SANTOS	Aceito
Declaração de Pesquisadores	Declaracao_dos_pesquisadores.pdf	17/09/2021 16:04:27	KARINA FELIX SANTOS	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	Declaracao_de_infraestrutura.pdf	17/09/2021 16:01:05	KARINA FELIX SANTOS	Aceito

**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Apreciação da CONEP:**

Não

SAO PAULO, 07 de Dezembro de 2021

---

**Assinado por:**  
**Alyne Simões Gonçalves**  
**(Coordenador(a))**

**Endereço:** Av Prof Lineu Prestes 2227 - 1º andar , sala 02 da administração  
**Bairro:** Cidade Universitária **CEP:** 05.508-900  
**UF:** SP **Município:** SAO PAULO  
**Telefone:** (11)3091-7960 **Fax:** (11)3091-7960 **E-mail:** cepfo@usp.br