

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

LEADIANE CHRISTINE GUIMARÃES SANDES

Correlação entre o grau de polimerização e solubilidade em dois cimentos resinosos dual na presença e ausência de luz ativadora

BAURU
2017

LEADIANE CHRISTINE GUIMARÃES SANDES

Correlação entre o grau de polimerização e solubilidade em dois cimentos resinosos dual na presença e ausência de luz ativadora

Dissertação constituída por artigo apresentada à Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro

BAURU

2017

Sandes, Leadiane Christine Guimarães

FH1c Correlação entre o grau de polimerização e solubilidade em dois cimentos resinosos dual na presença e ausência de luz ativadora / Leadiane Christine Guimarães Sandes – Bauru, 2017.

85 p. : il. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação por processos fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

FOLHA DE APROVAÇÃO

DEDICATÓRIA

À Deus, pela proteção, por abrir os caminhos e me fazer confiante e saudável para chegar até aqui.

Ao meu pai, José Jorge de Albuquerque Sandes, por acreditar em mim e me ensinar, na teoria e na prática, que preciso me esforçar para ser o melhor que eu puder, naquilo que escolhi ser.

À minha mãe, Silvana Marcia Guimarães Sandes, pelas orações, por ser um exemplo de força e por administrar tão bem as nossas vidas, muitas vezes deixando a sua em segundo plano.

Aos meus irmãos, Luiz Gustavo Sandes e Íris Monaliza Sandes por sempre estarem na torcida para que tudo desse certo.

Ao meu noivo, Kleberth Tenório, por ser o meu apoio incondicional, pelo incentivo e paciência, pela paz que me transmitiu, pelo dom de fazer os meus problemas parecerem pequenos. Te ver forte, me fez forte!

Amo vocês!

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira, pela calma, paciência e por me orientar com leveza, o que foi fundamental para tornar o meu caminho até aqui possível. A minha admiração!

Ao Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro, sou grata pelo conhecimento transmitido durante os seminários e clínicas, e à constante exigência durante o mestrado, o que só contribuiu para o meu crescimento.

Ao Prof. Dr. Renato de Freitas pelos ensinamentos na área de Prótese sobre Implante, pelas oportunidades que me deu e por sempre se mostrar disposto a me ajudar. Sou muito grata!

Ao Prof. Dr. Accácio Lins do Valle por ter me incentivado durante a especialização a fazer o mestrado, pelo companheirismo nas clínicas e pelos conhecimentos transmitidos.

A todos os demais professores do Departamento de Prótese da FOB-USP: Ana Lúcia Pompéia Fraga de Almeida, Estevam Augusto Bonfante, Karin Hermana Neppelenbroek, Lucimar Falavinha Vieira, José Henrique Rubo, Vinícius Carvalho Porto. Agradeço por compartilharem seus conhecimentos durante os seminários e clínicas e pela ajuda em algum momento que precisei.

À Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo. Poder ser aluna da FOB é motivo de muito orgulho para mim. O conhecimento que esta universidade me proporciona é impagável.

Aos meus colegas de pós-graduação: Ana Paula Chappuis, Cindy Ruiz, Cristiane Marques, Dyna Mara Ferreira, Ernesto Benalcázar, Jéssica Moreno e Samira Strellow, pelo companheirismo, dificuldades e alegrias divididas.

Ao **Departamento de Materiais Odontológicos**, pela receptividade e convivência harmoniosa, em especial ao técnico de laboratório **Alcides Urias da Costa**, sempre disponível para ajudar, mesmo durante suas férias. Você é um exemplo de profissional a ser seguido.

Ao **Prof. Dr. José Roberto Pereira Lauris**, pela análise estatística e todo o ensinamento.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)** pela bolsa de Mestrado.

A todos que contribuíram de alguma forma,
Muito obrigada!

*“Quer você acredite que consiga fazer uma coisa ou não,
você está certo.”*

Henry Ford

RESUMO

RESUMO

Correlação entre o grau de polimerização e a solubilidade em dois cimentos resinosos dual na presença e ausência de luz ativadora

Afirmção do problema. A longevidade clínica dos cimentos resinosos pode ser afetada por alguns fatores, dentre eles o grau de polimerização e a solubilidade.

Finalidade. Avaliar a possível correlação entre o grau de polimerização e solubilidade de cimentos resinosos de polimerização dual, na presença e ausência da luz.

Materiais e método. Foram utilizados dois cimentos resinosos dual, Allcem e Relyx Ultimate. Foram confeccionados 20 corpos de prova para cada cimento, 10 para o grupo teste e 10 para o grupo controle. Metade foi polimerizado na ausência de luz e o restante, fotoativado. Os corpos foram confeccionados seguindo a norma ISO 4049: 2009 para testes de solubilidade. No grupo teste, foi medida a solubilidade, depois realizou-se teste de microdureza knoop. O grupo controle não foi imerso em água e passou por dois testes de microdureza, 24h após a confecção dos corpos e após 12 dias. Utilizou-se o teste de correlação de Pearson para avaliar a correlação entre dureza e solubilidade. Para avaliação da influência do modo de ativação sobre microdureza, foi realizada ANOVA a 1 critério e teste de Turkey para comparação dos grupos. ANOVA a 2 critérios foi empregado para verificar a influência dos diferentes modos de ativação na solubilidade dos cimentos.

Resultados. Houve correlação entre dureza e solubilidade no cimento Allcem fotopolimerizado. Os diferentes modos de ativação demonstraram influência sobre a microdureza dos cimentos. Também houve influência do modo de ativação na solubilidade. Não foi possível avaliar microdureza no cimento Relyx Ultimate polimerizado na ausência de luz.

Conclusão. Quando fotoativados, os cimentos alcançam melhores resultados para microdureza. O modo de polimerização não exerce influência sobre a solubilidade de todos os cimentos. Não houve correlação entre dureza e solubilidade na maioria dos grupos.

Palavras chave: Cimentos resinosos. Cimentos dual. Teste de microdureza. Solubilidade.

ABSTRACT

ABSTRACT

Correlation between the degree of polymerization and solubility in two dual resin cements in the presence and absence of activating light

Statement of the problem. The longevity clinic of resin cements may be affected by a few factors, including the degree of polymerization and the solubility.

Purpose. Evaluate the possible correlation between the degree of polymerization and solubility of resin cements dual curing, in the presence and absence of light.

Material and methods. Two dual polymerization resin cements, Allcem and Relyx Ultimate, were used. Twenty specimens were prepared for each cement, 10 for the test group and 10 for the control group. Half was polymerized in the absence of light and the rest photoactivated. The bodies were made following the ISO 4049: 2009 standard for solubility tests. In the test group, the solubility was measured, after which a knoop microhardness test was performed. The control group was not immersed in water and underwent two tests of microhardness, 24 hours after the making of the bodies and after 12 days. Pearson's correlation test was used to evaluate the correlation between hardness and solubility. To evaluate the influence of the mode of activation on microhardness, ANOVA was performed at 1 criterion and Turkey test for comparison of groups. ANOVA at 2 criteria was used to verify the influence of the different modes of activation on the solubility of the cements.

Results. There was a correlation between hardness and solubility in Allcem photopolymerized cement. The different activation modes showed influence on the microhardness of the cements. There was also influence of the mode of activation on solubility. It was not possible to evaluate microhardness in the polymerized Relyx Ultimate cement in the absence of light.

Conclusion. When photoactivated, the cements achieve better results for microhardness. The polymerization mode does not influence the solubility of all the cements. There was no correlation between hardness and solubility in most groups.

Key words: Resin cements, Dual luting cements, Microhardness test, Solubility.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1	- Matriz para confecção dos espécimes	42
Figura 2	- Técnica para confecção dos espécimes	43
Figura 3	- Corpos de prova em cimento resinoso.....	44
Figura 4	- Diagrama esquemático das zonas de irradiação para fotopolimerização dos espécimes	45
Figura 5	- Esquema da distribuição dos espécimes por grupos e testes realizados	46
Figura 6	- Matriz de acrílico para politriz metalográfica	47
Figura 7	- Esquema da distribuição das endentações.....	48
Figura 8	- Aspecto do cimento Relyx Ultimate polimerizado na ausência de luz	49
Figura 9	- Aspecto microscópico do cimento Relyx Ultimate polimerizado na ausência de luz	50
Figura 10	- Aspecto microscópico da endentação no cimento Relyx Ultimate fotopolimerizado.....	51
Figura 11	- Aspecto microscópico da endentação no cimento Allcem fotopolimerizado	52
Figura 12	- Aspecto microscópico da endentação no cimento Allcem polimerizado na ausência de luz	53
Figura 13	- Valores médios da microdureza e seus respectivos desvios-padrão.....	54

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Características e lotes dos cimentos.....	55
Tabela 2 - Valores médios de solubilidade e respectivos desvios- padrão	56

ÍNDICE

1	INTRODUÇÃO	15
2	ARTIGO.....	21
3	DISCUSSÃO	59
4	CONSIDERAÇÕES FINAIS	65
	REFERÊNCIAS	69
	ANEXOS	77

1 INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

O agente de cimentação tem a função de promover eficiente ligação entre substrato dental e restauração, proporcionar vedação marginal, e impedir a entrada microbiana¹. Embora o estabelecimento de formas ótimas de retenção e resistência no preparo dos dentes seja de primordial importância², os cimentos têm grande influência na longevidade das próteses fixas³.

Materiais de cimentação resinosos apresentam características como baixa solubilidade, estética favorável, quando utilizados em restaurações livres de metal, adesão à estrutura dentária e cerâmica^{4,5}. Alguns estudos sugerem que esses materiais apresentam melhor estabilidade química, distribuição de tensões e melhor retenção quando comparados a outros tipos de cimentos⁶.

Quimicamente, os cimentos resinosos são compostos por uma matriz orgânica, formada por monômeros Bis-GMA (bisfenol glicidil metacrilato), UDMA (uretano dimetacrilato), TEGDMA (trietileno glicol dimetacrilato) e partículas inorgânicas, geralmente vidro ou sílica⁷. De acordo com a forma de ativação, esses materiais podem ser classificados em quimicamente ativados, fotoativados e de polimerização dual⁸.

Os cimentos de polimerização dual foram desenvolvidos na tentativa de efetivar o processo de cura do mesmo, uma vez que reação química de polimerização aparenta, por si só, não resultar na conversão completa de monômeros em polímeros, ocasionando baixa microdureza do mesmo^{9,10}. Estes materiais agregam as vantagens dos cimentos de polimerização química e vantagens dos fotoativados¹¹.

A utilização de um cimento dual permite controle efetivo do tempo de polimerização e possibilita alcançar um adequado grau de conversão, mesmo na deficiência de luz¹². A atenuação da luz ocorre em situações clínicas em que há distância entre a ponta da fonte de luz e o agente de cimentação, e quando a espessura e opacidade dos materiais restauradores indiretos impedem a passagem de luz. Apesar de as duas formas de ativação estarem presentes nos cimentos duais, os processos de cura são independentes, porém complementares. Se a exposição à luz não for suficiente, a polimerização máxima pode ser comprometida.

Diversos trabalhos vêm demonstrando que a maioria dos cimentos resinosos de polimerização dual é bastante dependente da fotoativação, e a polimerização por autocura, isoladamente, não é capaz de garantir a polimerização completa do cimento^{8,13,14}. Idealmente, o cimento resinoso de dupla ativação deveria ser capaz de obter grau de polimerização, por meio da ativação química, semelhante à alcançada pela dupla ativação⁸.

Em situações na qual a intensidade da luz polimerizadora estiver baixa, monômeros não convertidos em polímeros podem ser liberados e são perigosos ao tecido pulpar^{15,16}. Essas moléculas podem chegar à polpa através dos túbulos dentinários^{17,18} e terem efeitos nocivos¹⁹.

O processo de conversão dos monômeros em polímeros determinará então a presença de monômeros residuais, a biocompatibilidade da restauração dentária, a dureza e a estabilidade do material em água^{19,20}. Logo, o sucesso das restaurações protéticas está diretamente ligado às características dos cimentos resinosos como, dureza, sorção, solubilidade, resistência ao desgaste, e quantidade de monômero residual²¹.

Vários autores procuraram determinar a sensibilidade dos métodos diretos e indiretos para avaliação do grau de conversão, ou correlacioná-los. Uma relação entre dureza e grau de conversão, já foi comprovada em pesquisas, através de vários testes relacionados ao tema^{22,23}. Métodos diretos de determinação do grau de conversão, como fotoespectroscopia infravermelha, RAMAN ou calorimetria exploratória diferencial²⁴, têm um alto custo e exigem conhecimento especializado para operá-los. A avaliação dos cimentos por testes de microdureza, um método indireto, é viável, e sua correlação com a espectroscopia infravermelha já foi estabelecida na literatura^{23,25}.

A dureza superficial é uma propriedade física importante dos materiais dentários e é definida como a resistência de um material a endentação ou penetração²⁶. Estudos demonstram que essa propriedade pode ser influenciada por fatores como tempo pós-polimerização²⁷ e cor do cimento²⁸. Uma maneira constantemente utilizada para avaliar os cimentos resinosos é a mensuração da dureza superficial por meio de testes de microdureza²⁵, o qual é um método simples e confiável para indicar o grau de conversão e resistência à penetração do material²⁹. A literatura mostra que há um grau de conversão de 35 a 80% para os compósitos odontológicos, mas a conversão nunca é completa, sempre restando

grupos metacrilatos não reagidos ou monômeros residuais no interior do cimento^{23,30,31}.

O teste de microdureza Knoop é utilizado para análise do grau de conversão e profundidade de cura de compósitos restauradores e cimentos resinosos em variadas situações clínicas³²⁻³⁴. O princípio deste método consiste na aplicação de uma carga estática, abaixo de 1kgf, através de um penetrador de diamante, sobre um sólido, gerando uma depressão na amostra. Essa endentação tem o formato de uma pirâmide alongada, onde a diagonal maior será analisada, fornecendo dados sobre as propriedades do material³⁵.

As características mecânicas dos compósitos, além de dependerem do grau de conversão alcançado, dependem da estrutura polimérica formada no processo de cura. A densidade da rede de ligações cruzadas resultante dessa etapa é um fator determinante da extensão de degradação do compósito quando submetido à ação de solventes^{12,36}. Polímeros que possuem baixas densidades de ligações cruzadas são menos resistentes à degradação, pois possuem um maior número de espaços disponíveis ocorrendo a difusão de moléculas do meio externo para o interior da estrutura polimérica^{12,36,37}.

A degradação de um compósito sofre influência da sua composição química. Os fatores conteúdo de carga e tempo pós polimerização também podem influenciar a estabilidade do material³⁸⁻⁴⁰.

Os cimentos resinosos têm caráter hidrofílico, isso determina o nível de absorção de água em ambiente úmido⁴¹. É provável que eles tenham a sua degradação acelerada no meio bucal, com o passar do tempo¹⁹. A sorção de água e a liberação de componentes através de testes de miscibilidade fornecem medidas indiretas da extensão da polimerização de materiais compósitos²⁵.

É esperado que após a absorção de água, em materiais de polímero, ocorra expansão do volume e que isso diminua a espessura de fendas e a infiltração^{42,43}. A água penetra na rede de polímeros através de porosidades e de espaços intermoleculares¹². Em umidade excessiva, a camada híbrida pode ser afetada como consequência da degradação do colágeno ou fibrilas do material resinoso^{44,45}. Clinicamente, a degradação do cimento pode causar infiltração, deslocamento da restauração, cárie e até fratura de raiz⁴⁶⁻⁴⁸.

A literatura sugere que a principal causa da sorção de água e solubilidade dos componentes pelos cimentos, não é resultado do processo de polimerização, e

sim da influência dos monômeros BisGMA e TEGDMA presentes em sua composição^{37,49}.

Avaliar propriedades dos cimentos resinosos é relevante devido a importância que esses materiais têm para a longevidade de procedimentos odontológicos restauradores, influenciando diretamente o sucesso dos casos. Diferentes composições químicas oferecidas pelos fabricantes e a velocidade com que novas marcas são disponibilizadas no mercado, dificultam a escolha de um cimento pelo clínico.

Sabe-se que diversos fatores interferem na microdureza e solubilidade dos cimentos resinosos. As hipóteses nulas deste estudo foram: (1) Não haverá correlação entre a polimerização e a solubilidade nos cimentos testados; (2) A polimerização na presença ou ausência de luz, não irá influenciar o grau de polimerização e solubilidade dos cimentos.

2 ARTIGO

2 ARTIGO

O artigo presente nesta Dissertação foi escrito de acordo com as instruções e diretrizes para submissão de artigo do Journal of Prosthetic Dentistry (Anexo B).

CORRELAÇÃO ENTRE O GRAU DE POLIMERIZAÇÃO E A SOLUBILIDADE EM DOIS CIMENTOS RESINOSOS DUAL NA PRESENÇA E AUSÊNCIA DE LUZ ATIVADORA

RESUMO

Afirmação do problema. A longevidade clínica dos cimentos resinosos pode ser afetada por alguns fatores, dentre eles o grau de polimerização e a solubilidade.

Finalidade. Avaliar a possível correlação entre o grau de polimerização e solubilidade de cimentos resinosos de polimerização dual, na presença e ausência da luz.

Materiais e método. Foram utilizados dois cimentos resinosos dual, Allcem e Relyx Ultimate. Confeccionou-se 20 corpos de prova para cada cimento, 10 para o grupo teste e 10 para o grupo controle. Metade foi polimerizado na ausência de luz e o restante, fotoativado. Os corpos foram confeccionados seguindo a norma ISO 4049: 2009 para testes de solubilidade. No grupo teste, foi medida a solubilidade e microdureza knoop. O grupo controle não foi imerso em água e passou por dois testes de microdureza. Utilizou-se o teste de correlação de Pearson para avaliar a correlação entre dureza e solubilidade. Para avaliação da influência do modo de ativação sobre microdureza, foi realizada ANOVA a 1 critério e teste de Turkey para comparação dos grupos. ANOVA a 2 critérios foi empregado para verificar a influência dos diferentes modos de ativação na solubilidade dos cimentos.

Resultados. Houve correlação entre dureza e solubilidade no cimento Allcem fotopolimerizado. Os diferentes modos de ativação demonstraram influência sobre a microdureza dos cimentos. Também houve influência do modo de ativação na solubilidade. Não foi possível avaliar microdureza no cimento Relyx Ultimate polimerizado na ausência de luz.

Conclusão. Quando fotoativados, os cimentos alcançam melhores resultados para microdureza. O modo de polimerização não exerce influência sobre a solubilidade de todos os cimentos. Não houve correlação entre dureza e solubilidade na maioria dos grupos.

INTRODUÇÃO

O agente de cimentação tem a função de promover eficiente ligação entre substrato dental e restauração, proporcionar vedação marginal e impedir a entrada microbiana¹. Embora o estabelecimento de formas ótimas de retenção e resistência, no preparo dos dentes, seja de primordial importância², os cimentos têm grande influência na longevidade das próteses fixas³.

Materiais de cimentação resinosos apresentam características como baixa solubilidade, estética favorável quando utilizados em restaurações livres de metal, adesão à estrutura dentária e cerâmica^{4,5}, melhor estabilidade química, distribuição de tensões e melhor retenção quando comparados a outros tipos de cimentos⁶.

A utilização de um agente de cimentação dual permite controle efetivo do tempo de polimerização e possibilita alcançar um adequado grau de conversão, mesmo na deficiência de luz⁷. Apesar de as duas formas de ativação, química e fotopolimerizável, estarem presentes, os processos de cura são independentes, porém complementares. Se a exposição à luz não for suficiente, a polimerização máxima pode ser comprometida⁸⁻¹⁰.

Monômeros não convertidos em polímeros, durante o processo de polimerização, podem ser liberados e são perigosos ao tecido pulpar^{11,12}. O processo de conversão dos monômeros em polímeros determinará a biocompatibilidade da restauração dentária, a dureza e o nível de estabilidade do material no meio aquoso^{13,14}.

A dureza superficial é definida como a resistência de um material a endentação ou penetração¹⁵. Essa propriedade pode ser influenciada por fatores como tempo pós-polimerização¹⁶ e cor do cimento¹⁷. Uma maneira constantemente utilizada para avaliar os cimentos resinosos é a mensuração da dureza superficial por meio de testes de microdureza¹⁸, o qual é um método indireto, simples e confiável para indicar o grau de conversão e resistência à penetração do material avaliado¹⁹. O teste de microdureza Knoop é utilizado para

análise do grau de conversão e profundidade de cura em variadas situações clínicas²⁰⁻²². Essa conversão nunca é completa, sempre restando grupos metacrilatos não reagidos ou monômeros residuais no interior do cimento²³⁻²⁵.

As propriedades mecânicas dos compósitos, além de dependerem do grau de conversão alcançado, dependem da estrutura polimérica formada no processo de cura^{7,26}. Polímeros que possuem baixas densidades de ligações cruzadas são menos resistentes à degradação, pois possuem um maior número de espaços disponíveis ocorrendo a difusão de moléculas de água do meio externo para o interior da estrutura polimérica^{26,27}.

A degradação de um compósito sofre influência da sua composição química. Os fatores conteúdo de carga e tempo pós polimerização também podem afetar o comportamento desses materiais em água²⁸⁻³⁰. Clinicamente, essa degradação do cimento pode causar infiltração, deslocamento da restauração, cárie e até fratura de raiz³¹⁻³⁴.

Testes de miscibilidade para avaliar a liberação de componentes, fornecem medidas indiretas da extensão da polimerização de materiais compósitos³⁵.

Estudar as propriedades dos cimentos resinosos é relevante devido a influência que esses materiais exercem na longevidade de vários procedimentos odontológicos, influenciando diretamente o sucesso dos casos. Diferentes composições químicas oferecidas pelos fabricantes e a velocidade com que novas marcas são disponibilizadas no mercado, dificultam a escolha de um cimento pelo clínico.

Sabe-se que diversos fatores interferem na microdureza e solubilidade dos cimentos resinosos.

As hipóteses nulas deste estudo foram: (1) Não haverá correlação entre a polimerização e a solubilidade nos cimentos testados; (2) A polimerização na presença ou ausência de luz, não irá influenciar o grau de polimerização e solubilidade dos cimentos.

MATERIAIS E MÉTODO

Para os testes, foram utilizados dois cimentos convencionais de polimerização dual, de corpo duplo, na cor A1: Allcem e Relyx Ultimate (Tabela 1). No total, foram confeccionados quarenta corpos de prova, sendo vinte de cada cimento. Neste estudo, foram avaliadas duas variáveis: Grau de polimerização através da microdureza Knoop e a solubilidade. Para cada variável, foram estabelecidos os seguintes fatores de variação: Polimerização dual e polimerização química.

Obtenção dos corpos de prova

Foi confeccionado um molde, vazado e bipartido, de polietileno de alta densidade e dimensões internas (15 ± 0.1) mm de diâmetro e ($1,0 \pm 0,1$) mm de espessura (Fig.1), para a preparação dos espécimes (Fig.2) em forma de disco (Fig. 3)³⁶.

Foram dispensadas, numa placa de vidro, medidas iguais de pasta base e catalisadora de cada cimento resinoso, o material foi manipulado com espátula de plástico e levado para dentro da matriz, apoiada sobre a placa de vidro, com o auxílio da espátula. Uma lâmina de microscopia de vidro foi colocada sobre a matriz de polietileno para extravasar o excesso de cimento de dentro do molde. Após polimerização, os excessos foram removidos com uma lâmina de bisturi (Free-Bac 15). Filmes transparentes de poliéster foram utilizados para que o cimento não ficasse aderido às placas de vidro³⁶.

Polimerização dos grupos

Vinte corpos de cimento Allcem foram subdivididos em dois grupos com dez espécimes cada. Cinco espécimes de cada grupo foram polimerizados na ausência de luz e os outros cinco foram fotopolimerizados. Vinte corpos de prova de cimento Relyx Ultimate foram confeccionados, subdivididos e polimerizados nas mesmas condições.

Os espécimes polimerizados na ausência de luz, passado o tempo da presa química indicada pelo fabricante, foram removidos da matriz e armazenados em vidro ambar. Os corpos de prova submetidos à polimerização dual foram fotopolimerizados pelo tempo indicado pelo fabricante de cada um dos cimentos e de acordo com a norma ISO 4049, 2009 para testes de sorção e solubilidade (Fig. 4). Foi utilizado fotopolimerizador Dabi Atlante 686, luz de LED e potência mínima acima de 500 mW/cm².

Distribuição dos grupos e testes

A distribuição dos espécimes por grupos está descrita na figura 5. O grupo controle foi submetido a testes de microdureza Knoop 24h após a confecção dos corpos de prova e após doze dias da confecção. Os demais espécimes foram submetidos a teste de solubilidade seguido de um teste de microdureza.

Polimento dos espécimes para o teste de microdureza Knoop

Previamente ao teste de microdureza, os corpos foram presos a uma matriz de acrílico de 8 mm de altura e 29 mm de diâmetro com um desgaste central para proporcionar melhor encaixe a politriz e estabilidade ao conjunto. Os corpos de prova foram fixados à matriz com cera (Fig. 6) e lixados em uma politriz metalográfica (Arotec), utilizando lixa metalográfica granulação 800, por trinta segundos, em baixa rotação, com peso de 80g sobre os espécimes, e sob irrigação constante com água destilada. Depois, foram lixados por sessenta segundos, em baixa rotação, com lixa de granulação 1200, peso de 160 g sobre os espécimes, também sob irrigação constante. Por fim, foi realizado o polimento dos espécimes com papel feltro e solução diamantada (granulometria 1u), por sessenta segundos, com peso de 160 g sobre os espécimes. Após o uso de cada lixa e ao final do polimento, os espécimes foram lavados em cuba ultrassônica (Unique) por dois minutos³⁵.

Teste de microdureza Knoop

Após o polimento, os corpos foram armazenados individualmente, por 24h, a 37°C, em vidros âmbar e levados ao microdurômetro (Buehler 5114) para teste de dureza Knoop, onde foram realizadas endentações em cinco pontos equidistantes (Fig. 7). Foi calculada a média das cinco medidas e obteve-se a microdureza do material naquele corpo de prova. A carga utilizada foi 25 gramas por 10 segundos²².

Dez corpos de cimento Allcem, sendo cinco polimerizados quimicamente (ACq) e cinco de forma dual (ACd), correspondentes ao grupo controle, foram submetidos a testes de microdureza 24h após a sua confecção e depois armazenados em vidro âmbar até o 12º dia da sua confecção, quando foi realizado um novo teste de microdureza nesse material, com endentações em locais distintos das anteriores.

Dez corpos do cimento Relyx Ultimate, também correspondentes ao grupo controle, foram confeccionados e testados nas mesmas condições.

Teste de solubilidade

Dez espécimes de cimento Allcem, sendo cinco polimerizados quimicamente e cinco de forma dual, foram submetidos a testes de solubilidade e, posteriormente, avaliada a microdureza desses grupos. Dez corpos de cimento Relyx Ultimate foram confeccionados e testados nas mesmas condições.

A solubilidade foi avaliada seguindo a norma ISO 4049, 2009. Inicialmente, os espécimes confeccionados foram removidos da matriz após a polimerização, e as irregularidades existentes na periferia, desgastadas com lixa número 1000. As vinte amostras foram colocadas separadamente em vidros âmbar e mantidos a (37 ± 1) °C em dissecador. Após 22h os espécimes foram armazenados em outro dissecador e mantidos a (23 ± 1) °C durante 2 h.

Passadas essas 24h, foram pesados em balança de precisão 0,01 mg (Mettler Toledo). Repetiu-se este ciclo até obter-se uma massa constante, m_1 , isto é, até que a variação de massa em cada amostra não fosse maior que 0,1 mg, em um período de 24 h. Passadas 48h, a massa manteve-se constante, não variando mais do que 0,1mg em ambos os cimentos. Essa massa foi chamada de m_1 . Neste momento, foi medido o diâmetro dos corpos em duas regiões distintas e a espessura em cinco regiões equidistantes, utilizando um micrômetro digital (Mitutoyo, IP65) para posterior cálculo do volume inicial dos espécimes³⁶.

Após obtida m_1 , os corpos foram colocados em recipientes ambar, separados uns dos outros, numerados e identificados com a marca e modo de ativação, imersos em 10mL de água destilada, por sete dias, em estufa a 37° C. Após sete dias, foram retirados da água, aplicou-se um jato de ar por quinze segundos para secagem e os corpos foram levados para um dissecador a $(37 \pm 1)^\circ \text{C}$ por 22h e depois por 2h a $(23 \pm 1)^\circ \text{C}$, em vidro ambar sem água. Diariamente, os corpos foram pesados em balança de precisão até obter massa constante com variação máxima de 0,1mg a cada 24h. Após 48h, os espécimes apresentaram massa constante. Obteve-se então nova medida de massa, aqui chamada m_3 ³⁶.

Tratamento dos resultados de solubilidade

Os resultados de solubilidade, W_{sl} , foram obtidos em microgramas por milímetro cúbico, para cada uma das amostras, utilizando a seguinte equação: $W_{sl} = m_1 - m_3 / V$

Onde, m_1 é a massa, em microgramas, antes da imersão em água e m_3 é a massa da amostra recondicionada, em microgramas. V é o volume da amostra, em milímetros cúbicos³⁶.

Todos os os espécimes submetidos ao teste de solubilidade foram polidos e submetidos à análise da microdureza, no 12º dia após a confecção dos corpos, quando já obtida a m_3 , para

posterior comparação com os valores de microdureza do grupo controle que não foi submerso em água.

Statistical analysis

Para avaliar a correlação entre o grau de polimerização e solubilidade foi utilizado o teste de correlação de Pearson. Para avaliação da influência do modo de ativação químico ou dual sobre microdureza dos cimentos, foi realizada análise variância (ANOVA) a 1 critério e teste de Turkey para comparação dos grupos. ANOVA a 2 critérios foi empregado para verificar a influência dos diferentes modos de ativação na solubilidade dos cimentos, e posteriormente, teste de Turkey.

RESULTADOS

Correlação entre dureza e solubilidade

O cimento Relyx Ultimate, na ausência de luz polimerizadora (RUq), não tomou presa suficiente para que fosse possível realizar polimento e teste de microdureza nesse grupo. Os espécimes desgastaram excessivamente durante o polimento, ficando com aspecto esbranquiçado e sem brilho (Fig. 8). No microdurômetro, não foi possível ler a endentação (Fig. 9). As médias da microdureza do grupo controle e do grupo teste, estão descritas no gráfico 1. As médias de solubilidade estão descritas na tabela 2.

Os resultados do teste de correlação de Pearson, demonstraram que foi estatisticamente significativa a correlação entre dureza e solubilidade somente no grupo ACd ($p=0,049$) quando avaliado separadamente. Porém, analisando três grupos juntos, ACd, ACq e Relyx Ultimate fotopolimerizado (RUd), a correlação entre dureza e solubilidade não foi estatisticamente significativa ($p>0,05$). O grupo RUq não pôde ser avaliado.

Influência da polimerização, na presença e ausência de luz ativadora, sobre a microdureza dos cimentos

No grupo controle e grupo teste, os diferentes modos de ativação demonstraram influência estatisticamente significativa sobre a microdureza dos cimentos ($p < 0,05$). O teste estatístico utilizado foi análise de variância a 1 critério. O teste de Turkey demonstrou não haver diferença significativa entre os dois cimentos polimerizados de forma dual ($p > 0,05$). Os cimentos RUd (Fig. 10) e ACd (Fig. 11), apresentaram dureza estatisticamente maior quando comparado ao ACq (Fig. 12), tanto no grupo teste como no grupo controle. O RUq não pôde ser avaliado.

Influência da polimerização, na presença e ausência de luz ativadora, sobre a solubilidade dos cimentos.

Através da análise de variância a 2 critérios foi possível observar que há influência do modo de ativação na solubilidade dos cimentos ($p < 0,05$). Os valores médios de solubilidade e respectivos desvios - padrão, estão descritos na tabela 2. O teste de Turkey HSD mostrou diferença significativa na solubilidade do Relyx Ultimate quando comparados os dois modos de ativação ($p < 0,05$), sendo a solubilidade no grupo fotopolimerizado menor do que no quimicamente ativado. O grupo ACq solubilizou mais que o ACd, porém essa diferença não foi estatisticamente significativa ($p > 0,05$).

DISCUSSÃO

Os resultados do presente estudo indicam que houve correlação entre dureza e solubilidade no ACd. O resultado da correlação foi positivo, o que significa que nesse grupo houve uma relação entre o aumento da dureza e a solubilidade. O grupo RUq não foi incluído na correlação, pois não tomou presa suficiente para avaliação da microdureza.

O teste de microdureza afere uma propriedade mecânica dos cimentos resinosos, mas não foi estabelecido na literatura um valor exato para garantir sucesso clínico³⁷. Um valor de dureza

não pode ser usado para prever um valor absoluto do grau de conversão. Isto se deve ao fato de que as propriedades mecânicas de materiais resinosos são muito dependentes da formação da rede de polímeros, o que não é equivalente à conversão nesses materiais. Porém, é válido utilizar medidas indiretas, como o teste de microdureza knoop para prever o grau de conversão em diferentes condições²³.

O RUD registrou média de microdureza knoop e desvio-padrão, no grupo controle, de 57,09 (2,57) inicialmente, e 61,49 (2,70) após 12 dias. Esse aumento na microdureza com o tempo, está de acordo com resultados encontrados em outros estudos^{16,37}. No grupo teste, onde os corpos ficaram submersos em água, a média de dureza para o RUD no 12º dia não aumentou como observado no grupo controle, e foi de 48,8(1,90). Houve uma diminuição na microdureza. Há na literatura relato de declínio na dureza em materiais poliméricos quando armazenados em solventes³⁸.

O cimento Allcem ativado quimicamente registrou valores médios de dureza, no grupo controle, de 39,46 (0,88) inicial, aumentando para 46,04 (0,72) após 12 dias. Quando fotoativado, observou-se um aumento na microdureza, 52,96 (1,54) após 24 horas e 61,49 (3,45) após 12 dias. Nota-se que o modo de polimerização exerce influência sobre as propriedades dos cimentos, pois a dureza foi significativamente maior no grupo fotoativado. Fica claro que os cimentos duais devem ser ativados por luz para atingir propriedades máximas^{8,39-42}. Ao utilizar materiais resinosos ativados por luz, recomenda-se uma intensidade mínima de 400 mW/cm² para a polimerização rotineira desses compósitos⁴³. A luz utilizada neste estudo tinha potência mínima de 500mW/cm². No grupo teste, onde os corpos foram colocados em água por 7 dias, o cimento Allcem, tanto polimerizado na ausência de luz, como fotopolimerizado, apresentou valor de dureza menor que o grupo controle. O ACq apresentou média de 33,14 (2,54) e o ACd de 51,73 (1,14) após imersão em água. Nesta situação, o grupo

fotopolimerizado também apresentou melhor desempenho que o polimerizado na ausência de luz.

Valores de microdureza além de variarem no tempo decorrido após a cimentação, dependem da marca do cimento³⁷. Porém, no presente estudo, não houve diferença estatisticamente significativa nos valores de microdureza, avaliada no 12º dia, entre as diferentes marcas avaliadas, quando polimerizados de forma dual, tanto no grupo teste como no grupo controle. O armazenamento em água diminui a dureza, independente do modo de ativação^{38,44}. Outros solventes aquosos podem ser mais agressivos do que a água e podem produzir resultados diferentes na cavidade oral²⁸.

Os profissionais devem estar cientes que os cimentos duais não atingem um grau de polimerização máxima em áreas distantes da fonte de luz. A autocura isolada não é adequada para conseguir um endurecimento suficiente⁹, e uma polimerização inadequada leva à solubilidade aumentada⁴⁵. Embora as propriedades físicas e mecânicas dos cimentos resinosos possam ser significativamente alteradas pelos efeitos de solventes e solubilidade de componentes, o que pode constituir a maior preocupação é a liberação de componentes não reagidos⁷.

A avaliação da microdureza Knoop necessita de superfícies extremamente planas e polidas, já a o teste de solubilidade requer apenas um meio para medir com precisão a massa¹⁸. Diferente do teste de microdureza, onde não foi possível avaliar o cimento Relyx Ultimate quimicamente ativado, no teste de solubilidade, os quatro grupos, RUq, RUd, ACq e ACd, foram analisados com relação à solubilidade. De acordo com a norma ISO 4049, utilizada neste estudo, dos cinco corpos testados em cada grupo, quatro ou cinco valores da solubilidade dos mesmos, devem ser menores que $7,5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ para que o material seja considerado adequado. Exceto o grupo RUq, que apresentou dois copos de prova com solubilidade maior que $7,5\mu\text{g}/\text{mm}^3$, todos os outros grupos não apresentaram falha no nível de

solubilidade recomendado pela norma. Em alguns espécimes, a solubilidade foi negativa. Para alguns autores, valores de solubilidade negativos não significa que os materiais não solubilizaram. Uma parcela da água absorvida durante o tempo de armazenamento dos corpos pode ter se ligado à matriz resinosa e não pôde ser extraída^{46,47}. Nos corpos de prova em que houve ganho de massa, pode ser devido à secagem que não foi completa, apesar de estar de acordo com a norma ISO 4049. A massa de água que restou no interior da matriz resinosa seria maior que o número de componentes que foram solubilizados^{29,47}.

O modo de polimerização, na presença ou ausência de luz, não foi significativo para os resultados de solubilidade no cimento Allcem. No entanto, no Relyx Ultimate, a solubilidade de dois, dos cinco corpos testados, ficou fora do padrão máximo exigido pela norma ISO. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os valores de solubilidade das duas marcas de cimento quando fotoativadas. Uma explicação para o comportamento inferior do RUq, pode estar na incorporação de bolhas de ar aliada à polimerização insuficiente na ausência de luz ativadora⁴⁸, ou na grande dependência da polimerização química para com iniciadores contidos no sistema adesivo indicado pelo fabricante para ser utilizado com este cimento³⁵, ou ainda, o Relyx Ultimate pode apresentar uma quantidade de iniciador de polimerização química menor na sua composição, quando comparado ao Allcem³⁷.

Comportamento semelhante não foi observado no cimento ACq quando testado nas mesmas condições, ausência de luz polimerizadora e sistema adesivo.

Estudos apontam a dependência de cimentos resinosos duais para com os adesivos. A camada adesiva possui iniciadores de reação química que reagem com iniciadores do cimento. Essa reação favorece a cura do adesivo e do cimento, principalmente nas áreas menos acessíveis à luz. É uma relação de “colaboração”^{40,35}. Quando uma cimentação é feita em substrato resinoso, pode haver comprometimento da cura do cimento dual, pois iniciadores do adesivo reagem com radicais livres não polimerizados do substrato, e a quantidade de iniciadores para

auxiliar a polimerização química fica diminuída, prejudicando a cura do cimento e resultando em valores mais baixos de microdureza. Porém, não se sabe em que medida a cura química afetada pela atenuação de iniciadores do adesivo é relevante clinicamente³⁵.

O comportamento de materiais à base de resina em água varia de acordo com as características da composição. Uma baixa quantidade de carga e a elevada quantidade de monômeros hidrofílicos provocam valores maiores de solubilidade¹³. O tipo de matriz resinosa também exerce influência⁴⁴. Devem ser consideradas as diferentes composições químicas dos cimentos porque elas influenciam a densidade das ligações cruzadas durante a polimerização e conseqüentemente, as propriedades mecânicas do material⁴⁹ (Tabela 1). A natureza e a qualidade das ligações entre partículas de carga e matriz resinosa são importantes⁵⁰ porque essa interface serve como meio de passagem para a difusão de água e comprometimento das propriedades do cimento⁵¹. O tamanho, a forma e o tipo das partículas de carga não exercem muita influência no nível de solubilidade⁵².

Estudos para análise de componentes solubilizados revelaram que o dimetacrilato de trietilenglicol (TEGDMA) era o principal monômero liberado, enquanto o monômero Bis-GMA encontrava-se apenas em quantidades detectáveis²⁹. O cimento Relyx Ultimate é composto por TEGDMA, enquanto o Allcem apresenta uma mistura de TEGDMA, BisEMA e BisGMA. A composição química, somada a outros fatores, como ausência de luz ativadora e possível dependência de iniciadores químicos do adesivo, justificam os resultados negativos encontrados no presente estudo para o cimento Relyx Ultimate quimicamente ativado. Vale lembrar que os valores negativos de solubilidade nos outros grupos pode ser elevada capacidade de absorção de água mascarando a solubilidade de componentes.

Sabe-se que o grau de conversão aumenta com o conteúdo de TEGDMA⁴⁹, o que pode justificar os valores maiores de microdureza no cimento RUD quando comparado ao ACq e

ACd, apesar de a diferença com o último não ser estatisticamente significativa. É provável que o Relyx Ultimate apresenta uma maior quantidade desse monômero em sua composição.

CONCLUSÃO

Após os resultados encontrados, podemos chegar as seguintes conclusões:

1. Houve correlação entre dureza e solubilidade para o cimento Allcem fotoativado. O Relyx Ultimate, polimerizado na ausência de luz, não tomou presa suficiente para teste de microdureza.
2. O modo de ativação influenciou a microdureza no cimento Allcem, porém não influenciou o grau de solubilidade. Diferente do Relyx Ultimate, onde a polimerização química apresentou níveis de solubilidade fora do padrão exigido pela norma ISO 4049, e o grupo fotoativado, solubilidade negativa.
3. Quando fotoativados, os cimentos alcançaram melhores resultados. Quando polimerizados na ausência de luz, houve diferença nos resultados entre as diferentes marcas de cimento, onde o Allcem apresentou melhor desempenho.

REFERÊNCIAS

1. Hooshmand T, Mahmoodi N, Keshvad A. Microhardness of a resin cement polymerized by light-emitting diode and halogen lights through ceramic. *J Prosthodont* 2009;18:411-6.
 2. Bintivanou A, Pissiotis A, Michalakis K. In vitro assessment of retention and resistance failure loads of two preparation designs for maxillary anterior teeth. *J Prosthet Dent* 2017;117:517–523.
 3. Peumans M, De Munck J, Fieuws S, Lambrechts P, Vanherle G, Van Meerbeek B. A prospective ten-year clinical trial of porcelain veneers. *J Adhes Dent* 2004;6:65-76.
-

4. Groten M, Pröbster L. The influence of different cementation modes on the fracture resistance of feldspathic ceramic crowns. *Int J Prosthodont* 1997;10:169-177.
 5. Stappert CFJ, Guess PC, Chitmongkolsuk S, Gerds T, Strub JR. All-ceramic partial coverage restorations on natural molars. Masticatory fatigue loading and fracture resistance. *Am J Dent* 2007;20:21-6.
 6. Schwartz RS, Robbins JW. Post placement and restoration of endodontically treated teeth: a literature review. *J Endod* 2004;30: 289-301.
 7. Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC. Mechanical properties of resin cements with diferente activation modes. *J Oral Rehabil* 2002;29:257-62.
 8. Rueggeberg FA, Caughman WF. The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. *Oper Dent* 1993;18:48–55.
 9. El-Mowafy OM, Rubo MH, El-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent* 1999;24:38–44.
 10. Witzel MF, Braga RR, Singer J de M, Azevedo CL. Bond strength between polymer resin-based cement and porcelain-dentin surfaces: influence of polymerization mode and early cyclic loading. *Int J Prosthodont* 2003;16:145–149.
 11. Hofmann N, Renner J, Hugo B, Klaiber B. Elution of leachable components from resin composites after plasma arc vs. standard or soft-start halogen light irradiation. *J Dent* 2002;30:223-32.
 12. Costa CAS, Hebling J, Randall RC. Human pulp response to resin cement used to bond inlay restorations. *Dent Mater* 2006;22:954-62.
 13. Mortier E, Gerdolle DA, Jacquot B, Panighi MM. Importance of water sorption and solubility studies for couple bonding agente-resin-based filling material. *Oper Dent* 2004;29:669-676.
-
-

14. Paula AB, Tango RN, Sinhoreti MA, Alves MC, Puppini-Rontani RM. Effect of thickness of indirect restoration and distance from the light-curing unit tip on the hardness of a dual-cured resin cement. *Braz Dent J* 2010; 21:117-22.
 15. Flury S, Lussi A, Hickel R, Ilie N. Light curing through glass ceramics: effect of curing mode on micromechanical properties of dual-curing resin cements. *Clin Oral Investig* 2014;18:809-18.
 16. Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Vishal J, Martins LRM, Correr-Sobrinho L. Dual resin cement Knoop hardness after different activation modes through dental ceramics. *Braz Dent J* 2010;21:104-10.
 17. Reges RV. et al. Effect of light-curing units, post-cured time and shade of resin cement on Knoop hardness *Braz Dent J*. 2009;20:410-3.
 18. Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res* 1988;67: 932-7.
 19. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater* 1986;20:121-31.
 20. Passos SP, Kimpara ET, Bottino MA, Rizkalla AS, Santos GC. Effect of ceramic thickness and shade on mechanical properties of a resin luting agent. *J Prosthodont* 2014;23:462-6.
 21. Keiichi Y, Xiangfeng M. Microhardness of dual-polymerizing cements and foundation composite resins for luting fiber-reinforced posts. *J Prosthet Dent* 2014;111:505-11.
 22. Prieto LT, Souza EJ, Araújo CTP, Lima AF, Dias CTS, Paulillo LAMS. Knoop hardness and effectiveness of dual-cured luting systems and flowable resin to bond leucite-reinforced ceramic to enamel. *J Prosthodont* 2013;22:54-8.
 23. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1985;1:11-4.
-

24. Asmussen E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. *Scand J Dent* 1982;90:490-6.
 25. Koupis NS, Vercruyse CW, Marks LA, Martens LC, Verbeeck RM. Curing depth of (polyacid-modified) composite resins determined by scraping and a penetrometer. *Dent Mater* 2004;20:908-14.
 26. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 2006;22:211-22.
 27. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci* 2001;109:282-5.
 28. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water-effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *J Biomed Mater Res* 1988;42:465-72.
 29. Ortengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil* 2001;28:1106-15.
 30. Walker MP, Spencer P, David Eick J. Mechanical property characterization of resin cement after aqueous aging with and without cyclic loading. *Dent Mater* 2003;19:645-52.
 31. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater* 2002;18:463-9.
 32. Price RBT, Félix CA, Andreou P. Effect of resin composite and irradiation distance in the performance of curing lights. *Biomaterials* 2004;25:4465-77.
 33. Torbjørner A, Fransson B. A literature review on the prosthetic treatment of structurally compromised teeth. *Int J Prosthodont* 2004;17: 369-76.
-
-

34. Nalçacı, A, Ulusoy N, Atakol O. Time-based elution of TEGDMA and BisGMA from composite resin cured with LED, QTH and high-intensity QTH lights. *Oper Dent* 2006;31:197-203.
 35. Mendonça LM, Pegoraro LF, Lanza MDS, Pegoraro TA, Carvalho RM. Effects of coronal substrates and water storage on the microhardness of a resin cement used for luting ceramic crowns. *J Appl Oral Sci* 2014;22:287-293.
 36. International Organization for Standardization. ISO 4049: Dentistry polymer – based filling, restorative and luting materials. 2009.
 37. Baena E, Fuentes MV, Garrido MA, Rodríguez J, Ceballos L. Influence of post-cure time on the microhardness of self-adhesive resin cements inside the root canal. *Oper Dent* 2012;37:548-556.
 38. Ramos MB, Pegoraro TA, Pegoraro LF, Carvalho RM. Effects of curing protocol and storage time on the microhardness of resin cements used to lute fiber-reinforced resin posts. *J Appl Oral Sci* 2012;20:556–562.
 39. Arrais CA, Rueggeberg FA, Waller JL, Goes MF, Giannini M. Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems. *J Dent* 2008;36:418–426.
 40. Ceballos L, Garrido MA, Fuentes V, Rodríguez J. Mechanical characterization of resin cements used for luting fiber posts by nanoindentation. *Dent Mater* 2007;23:100–105.
 41. El-Badrawy WA, El-Mowafy OM. Chemical versus dual curing of resin inlay cements. *J Prosthet Dent* 1995;73:515–524.
 42. Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B. Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil* 2001;28:1022–1028.
-

43. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis Jr JW. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent* 1994;19(1):26-32.
 44. Pedreira APRV, Pegoraro LF, Góes MF, Pegoraro TA, Carvalho RM. Microhardness of resin cements in the intraradicular environment: effects of water storage and softening treatment. *Dent Mater* 2009;25:868-76.
 45. Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, Garcia-Godoy S. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials. *J Dent* 2003;31:43-50.
 46. Wei Y, Silikas N, Zhang Z, Watts DC. Diffusion and concurrent solubility of self-adhering and new resin-matrix composites during water sorption/desorption cycles. *Dent Mater* 2011;27:197-205.
 47. Diaz-Arnold AM, Arnold AM, Williams VD. Measurement of water sorption by resin composite adhesives with near-infrared spectroscopy. *J Dent Res* 1992;71:438-442.
 48. 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;114:674–679.
 49. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater* 1998;14:51-56.
 50. Mes, e A, Burrow MF, Tyas MJ. Sorption and solubility of luting cements in different solutions. *Dent Mater J* 2008;27:702-9.
 51. Kalachandra S. Influence of fillers on water sorption of composites. *Dent Mater* 1989;5:283-8.
 52. Berger SB, Palialol AR, Cavalli V, Giannini M. Characterization of water sorption, solubility and filler particles of light-cured composite resins. *Braz Dent J* 2009;20:314-8.
-
-

LEGENDAS PARA ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Matriz para confecção dos espécimes

Figura 2 - Técnica para confecção dos espécimes

Figura 3 - Corpos de prova em cimento resinoso

Figura 4 - Diagrama esquemático das zonas de irradiação para fotopolimerização dos espécimes

Figura 5 - Esquema da distribuição dos espécimes por grupos e testes realizados

Figura 6 - Matriz de acrílico para politriz metalográfica

Figura 7 - Esquema da distribuição das endentações

Figura 8 - Aspecto do cimento Relyx Ultimate polimerizado na ausência de luz

Figura 9 - Aspecto microscópico do cimento Relyx Ultimate polimerizado na ausência de luz

Figura 10 - Aspecto microscópico da endentação no cimento Relyx Ultimate fotopolimerizado

Figura 11 - Aspecto microscópico da endentação no cimento Allcem fotopolimerizado

Figura 12 - Aspecto microscópico da endentação no cimento Allcem polimerizado na ausência de luz

Figura 13 - Valores médios da microdureza e respectivos desvios-padrão

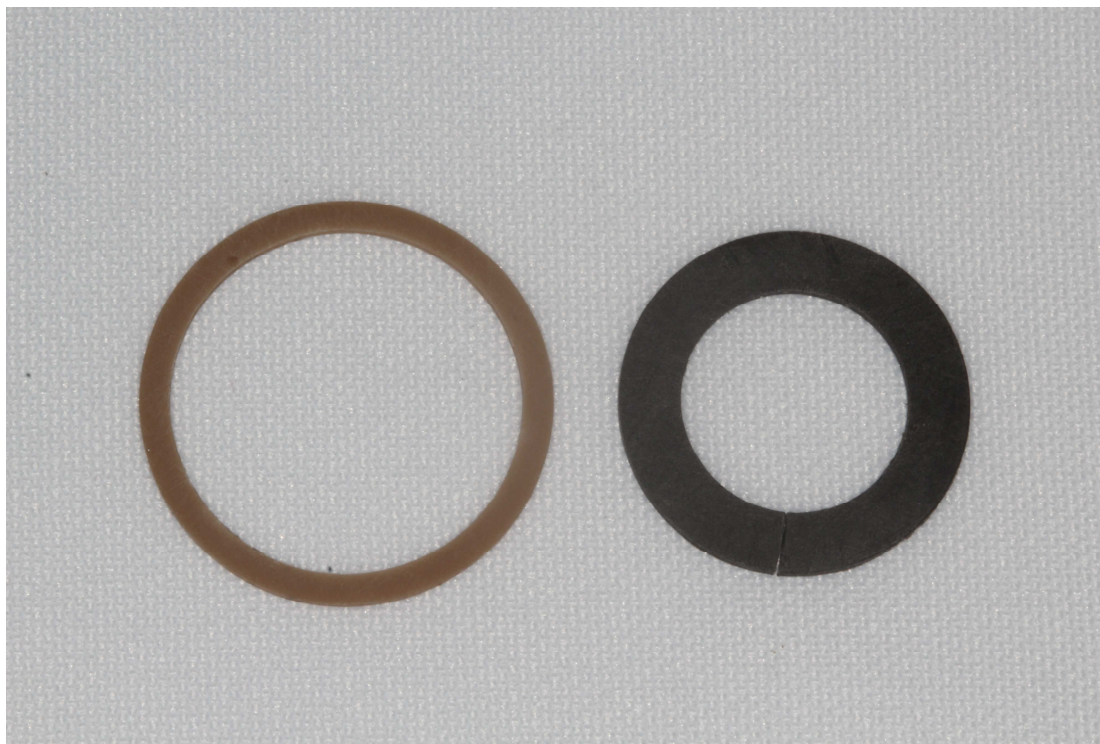


Fig. 1

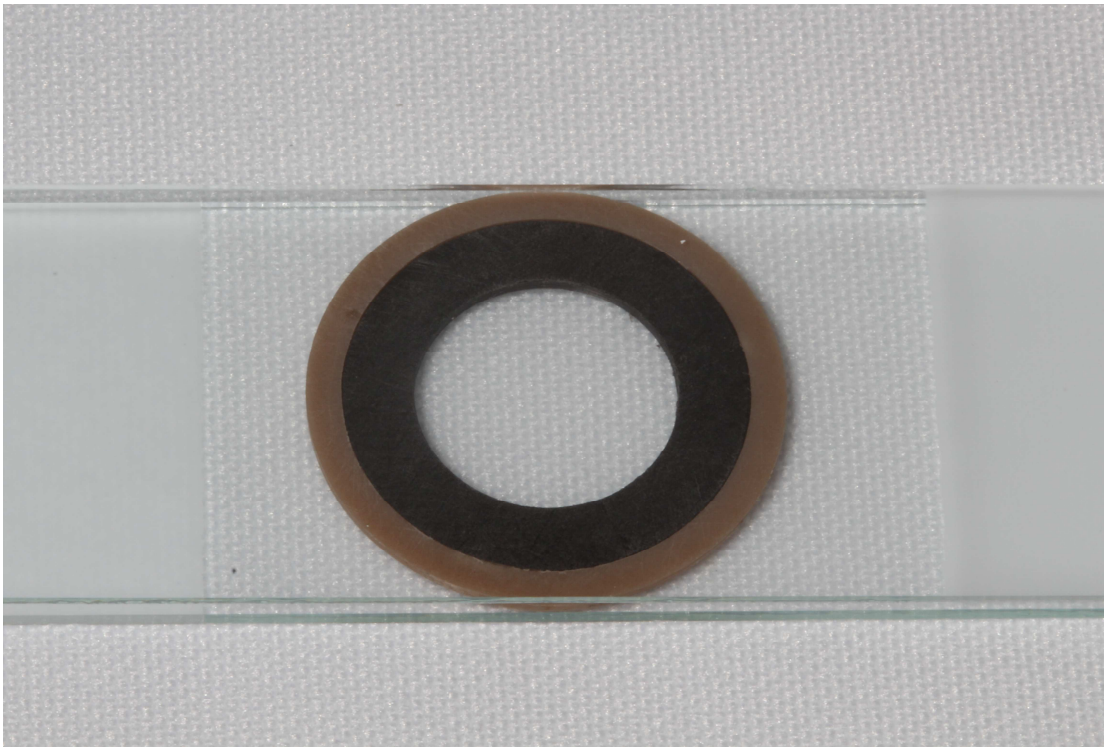


Fig. 2



Fig. 3

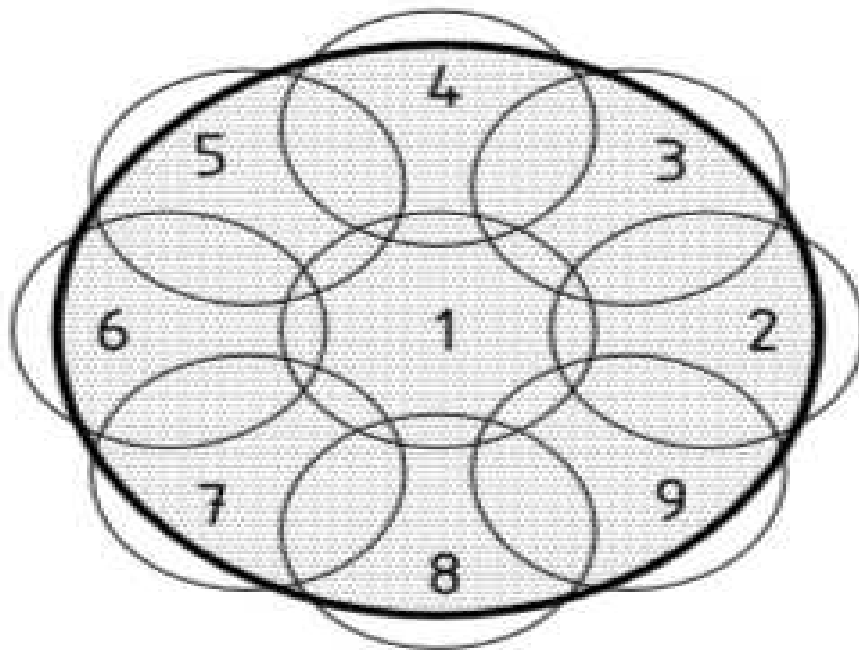


Fig. 4

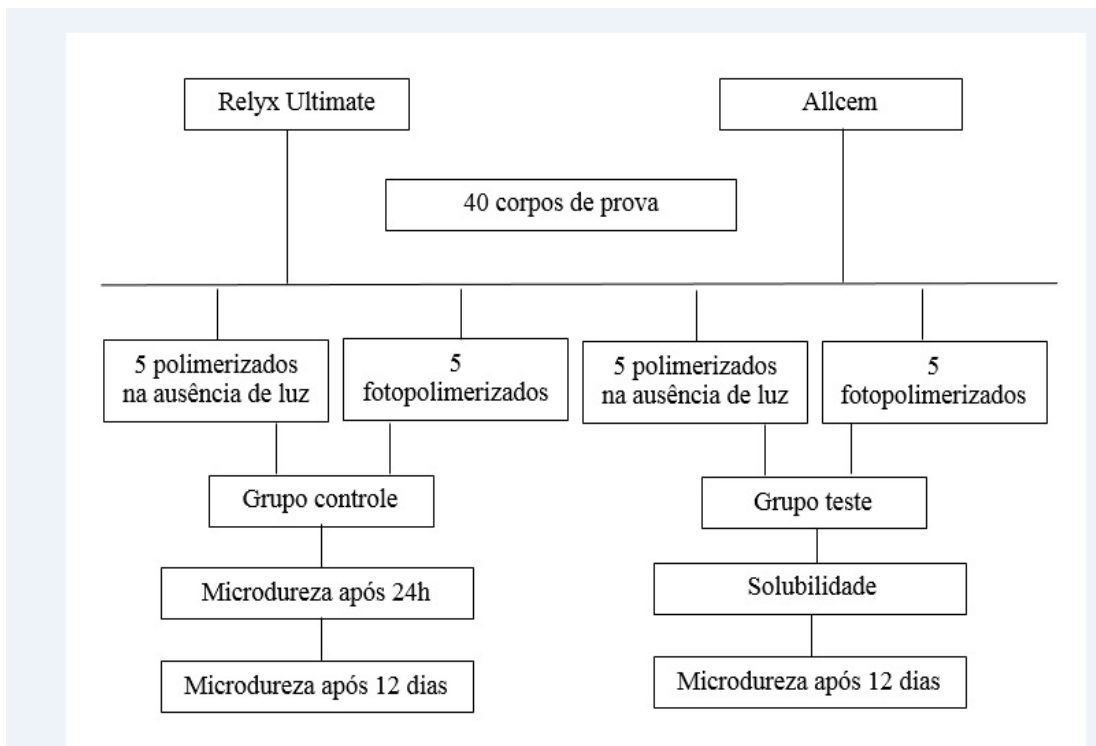


Fig. 5



Fig. 6

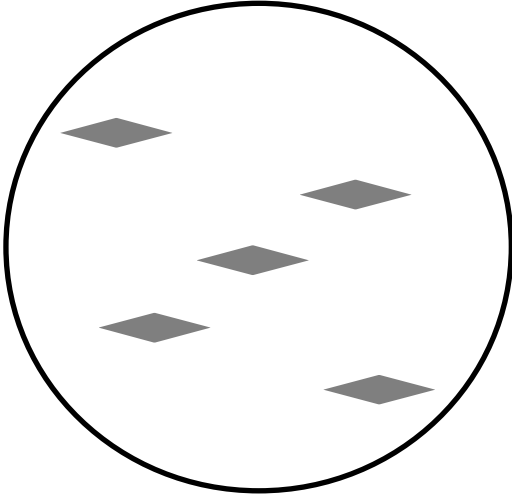


Fig. 7



Fig. 8

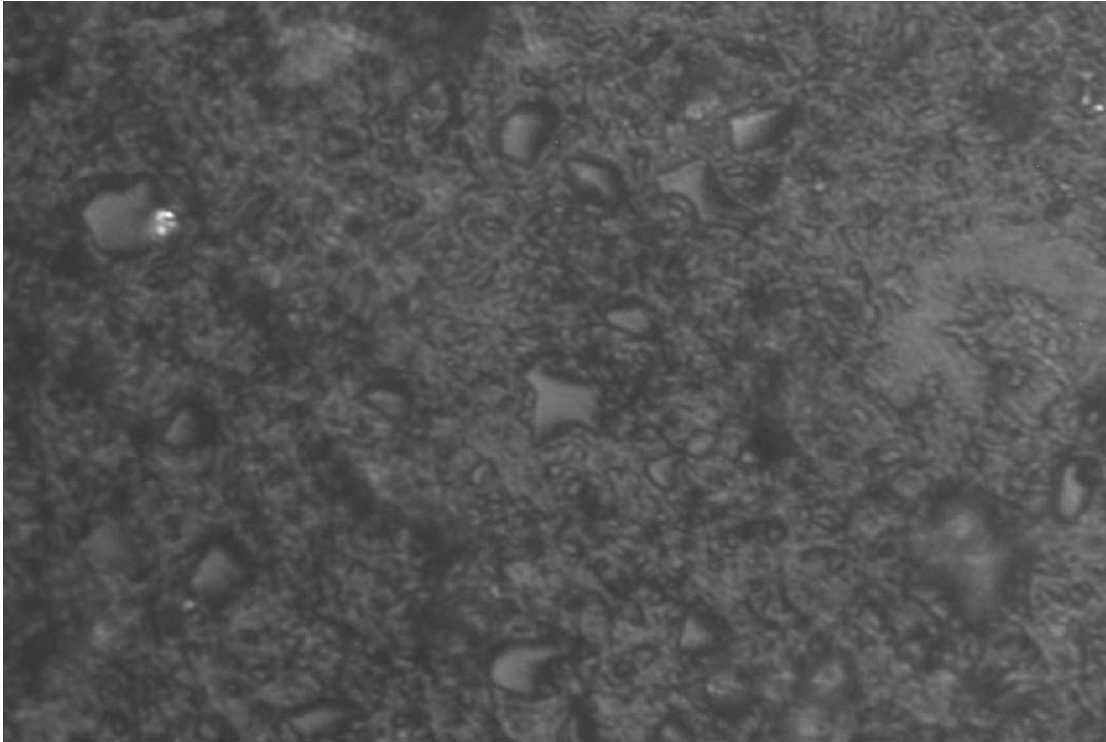


Fig. 9

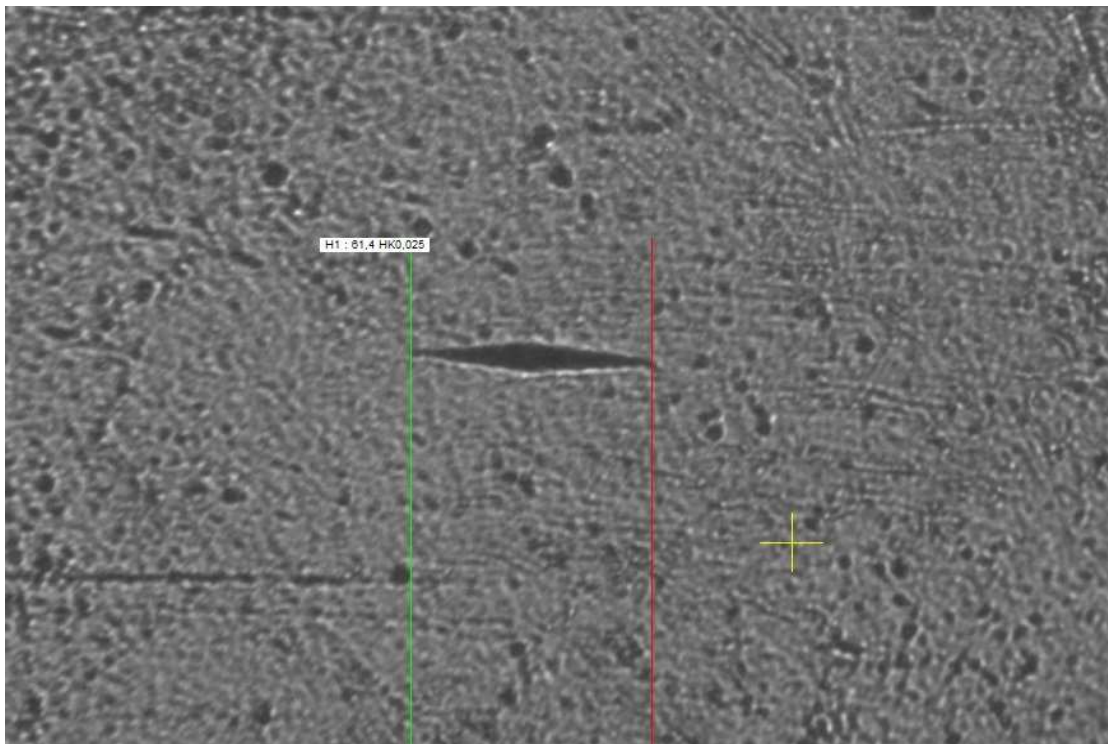


Fig. 10



Fig. 11

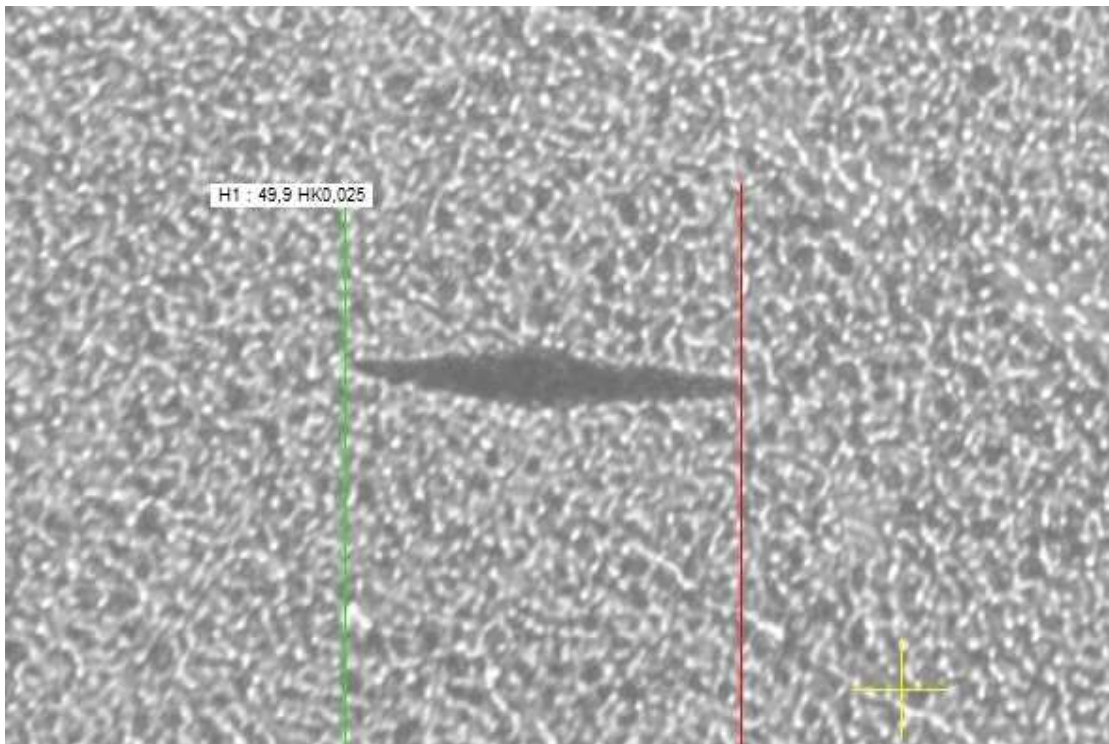


Fig. 12

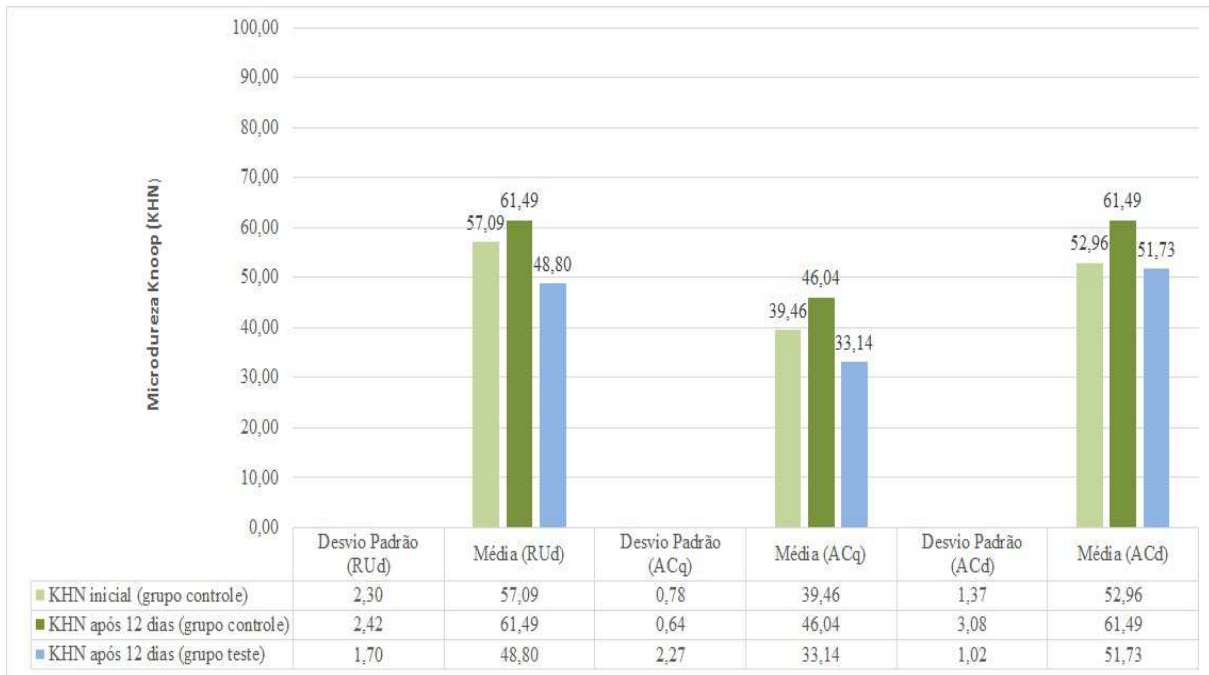


Fig. 13

Tabela 1. Características e lotes dos cimentos.

Cimento	Marca	Carga	Monômeros	Lotes
Allcem	FGM	66-67%	TEGDMA	041116
			BisEMA	060616
			BisGMA	151015
				280316
Relyx	3M	43%	TEGDMA	1622300223
Ultimate				1625700640
				1625700644
				621762

Tabela 2. Valores médios de solubilidade e seus respectivos desvios-padrão ($\mu\text{g}\cdot\text{mm}^{-3}$).

Material	Solubilidade
ACq	-0,01 ($\pm 4,04$)
ACd	-1,13 ($\pm 2,54$)
RUq	5,68 ($\pm 14,53$)
RUd	-14,63($\pm 5,11$)

3 DISCUSSÃO

3 DISCUSSÃO

Os resultados do presente estudo indicam que houve correlação entre a polimerização, através do teste de microdureza e a solubilidade somente em um dos grupos, o ACd. O resultado da correlação foi positivo, o que significa que nesse grupo houve uma relação entre o aumento da dureza e a solubilidade. Analisando todos os grupos juntos, ACd, ACq e RUd, não houve correlação entre dureza e solubilidade. O grupo RUq não foi incluído na correlação, pois não tomou presa suficiente para avaliação da microdureza.

O teste de microdureza afere uma propriedade mecânica dos cimentos resinosos, mas não foi estabelecido na literatura um valor exato para garantir sucesso clínico⁵⁰. Um valor de dureza não pode ser usado para prever um valor absoluto do grau de conversão. Isto se deve ao fato de que as propriedades mecânicas de materiais resinosos são muito dependentes da formação da rede de polímeros, o que não é equivalente à conversão nesses materiais. Porém, é válido utilizar medidas indiretas, como o teste de microdureza knoop para prever o grau de conversão em diferentes condições²³.

O RUd registrou média de microdureza knoop e desvio-padrão, no grupo controle, de 57,09 (2,57) inicialmente, e 61,49 (2,70) após 12 dias. Esse aumento na microdureza com o tempo, está de acordo com resultados encontrados em outros estudos^{27,50}. No grupo teste, onde os corpos ficaram submersos em água, a média de dureza para o RUd no 12º dia não aumentou como observado no grupo controle, e foi de 48,8 (1,90). Houve uma diminuição na microdureza. Há na literatura resultado semelhante, de declínio na dureza em materiais poliméricos quando armazenados em solventes⁵¹.

O cimento Allcem ativado quimicamente registrou valores médios de dureza, no grupo controle, de 39,46 (0,88) inicial, aumentando para 46,04 (0,72) após 12 dias. Quando fotoativado, observou-se um aumento na microdureza, 52,96 (1,54) após 24h e 61,49 (3,45) após 12 dias. Também houve aumento da microdureza com o passar dos dias. Nota-se que o modo de polimerização exerce influência sobre as propriedades mecânicas dos cimentos, pois a dureza foi significativamente maior no grupo fotoativado. Fica claro que os cimentos duais devem ser ativados por luz para

atingir propriedades máximas^{13,52-55}. Ao utilizar materiais resinosos ativados por luz, recomenda-se uma intensidade mínima de 400 mW/cm² para a polimerização rotineira desses compósitos⁹. A luz utilizada neste estudo tinha potência mínima de 500mW/cm². No grupo teste, onde os corpos foram colocados em água por 7 dias, o cimento Allcem, tanto polimerizado na ausência de luz, como fotopolimerizado, apresentou valor de dureza menor que o grupo controle, e nesta situação, o grupo fotopolimerizado também apresentou melhor desempenho. O ACq apresentou média de 33,14 (2,54) e o ACd de 51,73 (1,14) após imersão em água.

Valores de microdureza além de variarem no tempo decorrido após a cimentação, dependem da marca do cimento⁵⁰. Porém, no presente estudo, não houve diferença estatisticamente significativa nos valores de microdureza, avaliada no 12º dia, entre as diferentes marcas de cimentos, Relyx Ultimate e Allcem, quando polimerizados de forma dual, tanto no grupo teste como no grupo controle. Clinicamente, problemas causados pela atenuação da luz polimerizadora podem ser melhorados com irradiação multidirecional e períodos de irradiação mais longos³². O armazenamento em água diminui a dureza, independente do modo de ativação^{51,56}. Os resultados mostram que há apenas uma degradação limitada dos compostos no período do estudo. Porém, outros solventes aquosos podem ser mais agressivos do que a água e podem produzir resultados diferentes na cavidade oral, principalmente em condições de carga cíclica³⁸.

Os profissionais devem estar cientes que os cimentos duais não atingem um grau de polimerização máxima em áreas distantes da fonte de luz. A autocura isolada não é adequada para conseguir um endurecimento suficiente⁸. Sabe-se que uma polimerização inadequada leva à solubilidade aumentada⁵⁷. Consequentemente, falhas em restaurações cimentadas podem ter como causa a solubilidade dos cimentos⁵⁸. Embora as propriedades físicas e mecânicas dos cimentos resinosos possam ser significativamente alteradas pelos efeitos de solventes e solubilidade de componentes, o que pode constituir a maior preocupação é a liberação de componentes não reagidos¹².

A avaliação da microdureza Knoop necessita de superfícies extremamente planas e polidas, já a o teste de solubilidade requer apenas um meio para medir com precisão a massa²⁵. Diferente do teste de microdureza, onde não foi possível avaliar o cimento Relyx Ultimate quimicamente ativado, no teste de solubilidade, os quatro grupos, RUq, RUd, ACq e ACd, foram analisados com

relação à solubilidade. De acordo com a norma ISO 4049 utilizada neste estudo, dos cinco corpos testados em cada grupo, quatro ou cinco valores da solubilidade devem ser menores que $7,5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ para que o material seja considerado adequado. Exceto o grupo RUq, que apresentou dois copos de prova com solubilidade maior que $7,5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ (Anexo A), todos os outros grupos não apresentaram falha no nível de solubilidade recomendado pela norma. Na maioria dos grupos, a solubilidade foi negativa. Para alguns autores, valores de solubilidade negativos não significa que os materiais não solubilizaram. Uma parcela da água absorvida durante o tempo de armazenamento dos corpos pode ter se ligado à matriz resinosa e não pôde ser extraída^{59,60}. Nos corpos em que houve ganho de massa, pode ser devido à secagem que não foi completa, apesar de estar de acordo com a norma ISO 4049. A massa de água que restou no interior da matriz resinosa seria maior que o número de componentes que foram solubilizados^{39,60}.

O modo de polimerização, na presença ou ausência de luz, não foi significativo para os resultados de solubilidade no cimento Allcem. No entanto, no Relyx Ultimate, a solubilidade foi significativamente maior no grupo que não foi fotoativado. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os valores de solubilidade das duas marcas de cimento quando fotoativados. Uma explicação para o comportamento inferior do RUq, pode estar na incorporação de bolhas de ar aliada à polimerização insuficiente na ausência de luz ativadora⁶¹, ou na grande dependência da polimerização química para com iniciadores contidos no sistema adesivo indicado pelo fabricante para ser utilizado com este cimento⁶², ou ainda, o Relyx Ultimate pode apresentar uma quantidade de iniciador de polimerização química menor na sua composição, quando comparado ao Allcem⁵⁰. Comportamento semelhante não foi observado no cimento ACq quando testado nas mesmas condições, ausência de luz polimerizadora e sistema adesivo.

Estudos apontam a dependência de cimentos resinosos duais para com os adesivos. A camada adesiva possui iniciadores de reação química que reagem com iniciadores do cimento. Essa reação favorece a cura do adesivo e do cimento, principalmente nas áreas menos acessíveis à luz. É uma relação de “colaboração”^{53,62}. Quando uma cimentação é feita em substrato resinoso, pode haver comprometimento da cura do cimento dual, pois iniciadores do adesivo reagem com radicais livres não polimerizados do substrato, e a quantidade de iniciadores para auxiliar a polimerização química fica diminuída, prejudicando a cura

do cimento e resultando em valores mais baixos de microdureza. Porém, não se sabe em que medida a cura química afetada pela atenuação de iniciadores do adesivo é relevante clinicamente⁶².

O comportamento de materiais à base de resina em água varia de acordo com as características da composição. Uma baixa quantidade de carga e a elevada quantidade de monômeros hidrofílicos provocam valores maiores de solubilidade¹⁹. O tipo de matriz resinosa também exerce influência⁵⁶. Devem ser consideradas as diferentes composições químicas dos cimentos porque elas influenciam a densidade das ligações cruzadas durante a polimerização e conseqüentemente, as propriedades mecânicas do material⁴¹. A natureza e a qualidade das ligações entre partículas de carga e matriz resinosa são importantes⁶³ porque essa interface serve como meio de passagem para a difusão de água e comprometimento das propriedades do cimento⁶⁴. O tamanho, a forma e o tipo das partículas de carga não exercem muita influência no nível de solubilidade⁶⁵.

Estudos para análise de componentes solubilizados revelaram que o dimetacrilato de trietilenglicol (TEGDMA) era o principal monômero liberado, enquanto o monômero Bis-GMA encontrava-se apenas em quantidades detectáveis³⁹. O cimento Relyx Ultimate é composto por TEGDMA, enquanto o Allcem apresenta uma mistura de TEGDMA, BisEMA e BisGMA. A composição química, somada a outros fatores, como ausência de luz ativadora e possível dependência de iniciadores químicos do adesivo, justificam os resultados negativos encontrados no presente estudo para o cimento Relyx Ultimate quimicamente ativado. Vale lembrar que os valores negativos de solubilidade nos outros grupos pode ser elevada capacidade de absorção de água mascarando a solubilidade de componentes.

Sabe-se que o grau de conversão aumenta com o conteúdo de TEGDMA⁴¹, o que pode justificar os valores maiores de microdureza no cimento RUd quando comparado ao ACq e ACd, apesar de a diferença com o último não ser estatisticamente significativa. É provável que o Relyx Ultimate apresente uma maior quantidade desse monômero em sua composição.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Após os resultados encontrados, podemos chegar as seguintes conclusões:

1. Não há correlação entre dureza e solubilidade na maioria dos grupos, com exceção do cimento Allcem fotoativado.
2. O modo de ativação teve influência sobre a microdureza no cimento Allcem. Não foi possível comparar microdureza, sob diferentes modos de ativação, no cimento Relyx Ultimate. O modo de polimerização não influenciou o grau de solubilidade no cimento Allcem, diferente do Relyx Ultimate onde a polimerização química apresentou níveis de solubilidade fora do padrão exigido pela norma ISO 4049.
3. Quando fotoativados, os cimentos alcançaram melhores resultados. Quando polimerizados na ausência de luz, houve diferença nos resultados entre as diferentes marcas de cimento, onde o Allcem apresentou melhor desempenho.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

1. Hooshmand T, Mahmoodi N, Keshvad A. Microhardness of a resin cement polymerized by light-emitting diode and halogen lights through ceramic. *J Prosthodont* 2009;18:411-6.
 2. Bintivanou A, Pissiotis A, Michalakis K. In vitro assessment of retention and resistance failure loads of two preparation designs for maxillary anterior teeth. *J Prosthet Dent* 2017;117:517–523.
 3. Peumans M, De Munck J, Fieuws S, Lambrechts P, Vanherle G, Van Meerbeek B. A prospective ten-year clinical trial of porcelain veneers. *J Adhes Dent* 2004;6:65-76.
 4. Groten M, Pröbster L. The influence of different cementation modes on the fracture resistance of feldspathic ceramic crowns. *Int J Prosthodont* 1997;10:169-177.
 5. Stappert CFJ, Guess PC, Chitmongkolsuk S, Gerds T, Strub JR. All-ceramic partial coverage restorations on natural molars. Masticatory fatigue loading and fracture resistance. *Am J Dent* 2007;20:21-6.
 6. Schwartz RS, Robbins JW. Post placement and restoration of endodontically treated teeth: a literature review. *J Endod* 2004;30: 289-301.
 7. Pegoraro TA, Da Silva NR, Carvalho RM. Cements for use in esthetic dentistry. *Dent Clin North Am* 2007;51:453-71.
 8. El-Mowafy OM, Rubo MH, El-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent* 1999;24:38-44.
 9. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis Jr JW. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent* 1994;19:26-32.
 10. Tashiro H, Inai N, Nikaido T, Tagami J. Effects of light intensity through resin inlays on the bond strength of dual-cured resin cement. *J Adhes Dent* 2004;6:233–8.
 11. Caughman WF, Rueggeberg FA. Shedding new light on composite polymerization. *Oper Dent* 2002;27:636-8.
-

12. Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC. Mechanical properties of resin cements with diferente actavation modes. *J Oral Rehabil* 2002;29:257-62.
 13. Rueggeberg FA, Caughman WF. The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. *Oper Dent* 1993;18:48–55.
 14. Witzel MF, Braga RR, Singer J de M, Azevedo CL. Bond strength between polymer resin-based cement and porcelain-dentin surfaces: influence of polymerization mode and early cyclic loading. *Int J Prosthodont* 2003;16:145–149.
 15. Hofmann N, Renner J, Hugo B, Klaiber B. Elution of leachable components from resin composites after plasma arc vs. standard or soft-start halogen light irradiation. *J Dent* 2002;30:223-32.
 16. Costa CAS, Hebling J, Randall RC. Human pulp response to resin cement used to bond inlay restorations. *Dent Mater* 2006;22:954-62.
 17. Hebling J, Giro EM, Costa CA. Human pulp response after an adhesive system application in deep cavities. *J Dent* 1999;27:557-564.
 18. Tay FR, Pang KM, Gwinnett AJ, Wei SHY. Scanning electron microscopic study of extent of resin penetration into human coronal dentin following a total etch technique in vivo. *Cells & Materials* 1994;4:317-329.
 19. Mortier E, Gerdolle DA, Jacquot B, Panighi MM. Importance of water sorption and solubility studies for couple bonding agente-resin-based filling material. *Oper Dent* 2004;29:669-676.
 20. Paula AB, Tango RN, Sinhoreti MA, Alves MC, Puppim-Rontani RM. Effect of thickness of indirect restoration and distance from the light-curing unit tip on the hardness of a dual-cured resin cement. *Braz Dent J* 2010; 21:117-22.
 21. Rasetto FH, Driscoll CF, Von Fraunhofer JA. Effect of light source and time on the polymerization of resin cement through ceramic veneers. *J Prosthodont* 2001;10:133-9.
 22. Witzel MF, Calheiros FC, Gonçalves F, Kawano Y, Braga RR. Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in etanol and contraction stress of resin-based materials. *J Dent* 2005;33:773-9.
-
-

23. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1985;1:11-4.
 24. Emami N, Soderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *Eur J Oral Sci* 2003;111:536-42.
 25. Rueggeberg FA, Craig, RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res* 1988;67: 932-7.
 26. Flury S, Lussi A, Hickel R, Ilie N. Light curing through glass ceramics: effect of curing mode on micromechanical properties of dual-curing resin cements. *Clin Oral Investig* 2014;18:809-18.
 27. Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Vishal J, Martins LRM, Correr-Sobrinho L. Dual resin cement knoop hardness after different activation modes through dental ceramics. *Braz Dent J* 2010;21:104-10.
 28. Reges RV. et al. Effect of light-curing units, post-cured time and shade of resin cement on knoop hardness. *Braz Dent J* 2009;20:410-3.
 29. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater* 1986;20:121-31.
 30. Asmussen E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. *Scand J Dent* 1982;90:490-6.
 31. Koupis NS, Vercruyse CW, Marks LA, Martens LC, Verbeeck RM. Curing depth of (polyacid-modified) composite resins determined by scraping and a penetrometer. *Dent Mater* 2004;20:908-14.
 32. Passos SP, Kimpara ET, Bottino MA, Rizkalla AS, Santos GC. Effect of ceramic thickness and shade on mechanical properties of a resin luting agente. *J Prosthodont* 2014;23:462-6.
 33. Keiichi Y, Xiangfeng M. Microhardness of dual-polymerizing cements and foundation composite resins for luting fiber-reinforced posts. *J Prosthet Dent* 2014;111:505-11.
 34. Prieto LT, Souza EJ, Araújo CTP, Lima AF, Dias CTS, Paulillo LAMS. Knoop hardness and effectiveness of dual-cured luting systems and flowable resin to bond leucite-reinforced ceramic to enamel. *J Prosthodont* 2013;22:54-8.
-

35. Poskus LT, Plácido E, Cardoso PE. Influence of placement techniques on Vickers and Knoop hardness of class II composite resin restorations. *Dent Mater* 2004;20:726-32.
 36. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 2006;22:211-22.
 37. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci* 2001;109:282-5.
 38. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water-effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *J Biomed Mater Res* 1988;42:465-72.
 39. Ortengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in aqueous environment. *J Oral Rehabil* 2001;28:1106-15.
 40. Walker MP, Spencer P, David Eick J. Mechanical property characterization of resin cement after aqueous aging with and without cyclic loading. *Dent Mater* 2003;19:645-52.
 41. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater* 1998;14:51-56.
 42. Torstenson B, Brännström M. Contraction gap under composite resin restorations: effect of hygroscopic expansion and thermal stress. *Oper Dent* 1988;13:24-31.
 43. Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res* 1990;69:36-9.
 44. Malacarne J. et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006;22:973-80.
 45. Fabre HSC, Fabre S, Cefaly DFG, Carrilho MRO, Garcia FCP, Wang L. Water sorption and solubility of dentin bonding agents light-cured with different light sources. *J Dent* 2007;35:253-8.
 46. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater* 2002;18:463-9.
-
-

-
-
47. Price RBT, Félix CA, Andreou P. Effect of resin composite and irradiation distance in the performance of curing lights. *Biomaterials* 2004;25:4465-77.
 48. Torbjorner A, Fransson B. A literature review on the prosthetic treatment of structurally compromised teeth. *Int J Prosthodont* 2004;17: 369-76.
 49. Nalçaci, A, Ulusoy N, Atakol O. Time-based elution of TEGDMA and BisGMA from composite resin cured with LED, QTH and high-intensity QTH lights. *Oper Dent* 2006;31:197-203.
 50. Baena E, Fuentes MV, Garrido MA, Rodríguez J, Ceballos L. Influence of post-cure time on the microhardness of self-adhesive resin cements inside the root canal. *Oper Dent* 2012;37:548-556.
 51. Ramos MB, Pegoraro TA, Pegoraro LF, Carvalho RM. Effects of curing protocol and storage time on the microhardness of resin cements used to lute fiber-reinforced resin posts. *J Appl Oral Sci* 2012;20:556–562.
 52. Arrais CA, Rueggeberg FA, Waller JL, Goes MF, Giannini M. Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems. *J Dent* 2008;36:418–426.
 53. Ceballos L, Garrido MA, Fuentes V, Rodríguez J. Mechanical characterization of resin cements used for luting fiber posts by nanoindentation. *Dent Mater* 2007;23:100–105.
 54. El-Badrawy WA, El-Mowafy OM. Chemical versus dual curing of resin inlay cements. *J Prosthet Dent* 1995;73:515–524.
 55. Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B. Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil* 2001;28:1022–1028.
 56. Pedreira APRV, Pegoraro LF, Góes MF, Pegoraro TA, Carvalho RM. Microhardness of resin cements in the intraradicular environment: effects of water storage and softening treatment. *Dent Mater* 2009;25:868-76.
 57. Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, Garcia-Godoy S. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials. *J Dent* 2003;31:43-50.
 58. Attar N, Tam LE, McComb D. Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. *J Prosthet Dent* 2003;89:127-134.
-
-

59. Wei Y, Silikas N, Zhang Z, Watts DC. Diffusion and concurrent solubility of self-adhering and new resin-matrix composites during water sorption/desorption cycles. *Dent Mater* 2011;27:197-205.
 60. Diaz-Arnold AM, Arnold AM, Williams VD. Measurement of water sorption by resin composite adhesives with near-infrared spectroscopy. *J Dent Res* 1992;71:438-442.
 61. 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;114:674–679.
 62. Mendonça LM, Pegoraro LF, Lanza MDS, Pegoraro TA, Carvalho RM. Effects of coronal substrates and water storage on the microhardness of a resin cement used for luting ceramic crowns. *J Appl Oral Sci* 2014;22:287-293.
 63. Mes, e A, Burrow MF, Tyas MJ. Sorption and solubility of luting cements in different solutions. *Dent Mater J* 2008;27:702-9.
 64. Kalachandra S. Influence of fillers on water sorption of composites. *Dent Mater* 1989;5:283-8.
 65. Berger SB, Palialol AR, Cavalli V, Giannini M. Characterization of water sorption, solubility and filler particles of light-cured composite resins. *Braz Dent J* 2009;20:314-8.
-
-

ANEXOS

ANEXO A – Pesos iniciais (M1), pesos após a dessecação (M3) e valores de solubilidade em cada corpo de prova ($\mu\text{g}\cdot\text{mm}^{-3}$).

Material	M1	M3	Solubilidade
ACq1	0,372g	0,372g	0
ACq2	0,373g	0,373g	0
ACq3	0,370g	0,369g	5,7
ACq4	0,356g	0,357g	-5,74
ACq5	0,382g	0,382g	0
ACd1	0,375g	0,375g	0
ACd2	0,365g	0,366g	-5,67
ACd3	0,362g	0,362g	0
ACd4	0,362g	0,362g	0
ACd5	0,364g	0,364g	0
RUq1	0,354g	0,353g	5,73
RUq2	0,367g	0,365g	11,47
RUq3	0,346g	0,342g	22,73
RUq4	0,342g	0,345g	-17,13
RUq5	0,348g	0,347g	5,6
RUd1	0,363g	0,365g	-11,3
RUd2	0,351g	0,355g	-22,63
RUd3	0,346g	0,349g	-16,9
RUd4	0,364g	0,366g	-11,15
RUd5	0,365g	0,367g	-11,18

ANEXO B – Diretrizes para The Journal of Prosthetic Dentistry:

Submission Guidelines

Thank you for your interest in writing an article for *The Journal of Prosthetic Dentistry*. In publishing, as in dentistry, precise procedures are essential. Your attention to and compliance with the following policies will help ensure the timely processing of your submission.

Length of Manuscripts

Manuscript length depends on manuscript type. In general, research and clinical science articles should not exceed 10 to 12 double-spaced, typed pages (excluding references, legends, and tables). Clinical Reports and Technique articles should not exceed 4 to 5 pages, and Tips articles should not exceed 1 to 2 pages. The length of systematic reviews varies.

Number of Authors

The number of authors is limited to 4; the inclusion of more than 4 *must be justified* in the letter of submission. (Each author's contribution must be listed.) Otherwise, contributing authors in excess of 4 will be listed in the Acknowledgments. There can only be one corresponding author.

General Formatting

All submissions must be submitted via the EES system in Microsoft Word with an 8.5×11 inch page size. The following specifications should also be followed:

Times Roman, 12 pt Double-spaced Left-justified No space between paragraphs 1-inch margins on all sides Half-inch paragraph indents Headers/Footers should be clear of page numbers or other information Headings are upper case bold, and subheads are upper/lower case bold. No italics are used. References should not be automatically numbered. Endnote or other reference-generating programs should be turned off. Set the Language feature in MS Word to English (US). Also change the language to English (US) in the style named Balloon Text.

Ethics in publishing

Please see our information pages on [Ethics in publishing](#) and [Ethical guidelines for journal publication](#).

Declaration of interest

All authors must disclose any financial and personal relationships with other people or organizations that could inappropriately influence (bias) their work. Examples of potential conflicts of interest include employment, consultancies, stock ownership, honoraria, paid expert testimony, patent applications/registrations, and grants or other funding. If there are no conflicts of interest then please state this: 'Conflicts of interest: none'. [More information](#).

Submission declaration

Submission of an article implies that the work described has not been published previously (except in the form of an abstract or as part of a published lecture or academic thesis or as an electronic preprint, see '[Multiple, redundant or concurrent publication](#)' section of our ethics policy for more information), that it is not under consideration for publication elsewhere, that its publication is approved by all authors and tacitly or explicitly by the responsible authorities where the work was carried out, and that, if accepted, it will not be published elsewhere including electronically in the same form, in English or in any other language, without the written consent of the copyright-holder.

Changes to authorship

Authors are expected to consider carefully the list and order of authors **before** submitting their manuscript and provide the definitive list of authors at the time of the original submission. Any addition, deletion or rearrangement of author names in the authorship list should be made only **before** the manuscript has been accepted and only if approved by the journal Editor. To request such a change, the Editor must receive the following from the **corresponding author**: (a) the reason for the change in author list and (b) written confirmation (e-mail, letter) from all authors that they agree with the addition, removal or rearrangement. In the case of addition or removal of authors, this includes confirmation from the author being added or removed.

Only in exceptional circumstances will the Editor consider the addition, deletion or rearrangement of authors **after** the manuscript has been accepted. While the Editor considers the request, publication of the manuscript will be suspended. If the manuscript has already been published in an online issue, any requests approved by the Editor will result in a corrigendum.

Copyright

Upon acceptance of an article, authors will be asked to complete a 'Journal Publishing Agreement' (see [more information](#) on this). An e-mail will be sent to the corresponding author confirming receipt of the manuscript together with a 'Journal Publishing Agreement' form or a link to the online version of this agreement.

Subscribers may reproduce tables of contents or prepare lists of articles including abstracts for internal circulation within their institutions. [Permission](#) of the Publisher is required for resale or distribution outside the institution and for all other derivative works, including compilations and translations. If excerpts from other copyrighted works are included, the author(s) must obtain written permission from the copyright owners and credit the source(s) in the article. Elsevier has [preprinted forms](#) for use by authors in these cases.

For open access articles: Upon acceptance of an article, authors will be asked to complete an 'Exclusive License Agreement' ([more information](#)). Permitted third party reuse of open access articles is determined by the author's choice of [user license](#).

Author rights

As an author you (or your employer or institution) have certain rights to reuse your work. [More information](#).

Elsevier supports responsible sharing

Find out how you can [share your research](#) published in Elsevier journals.

Role of the funding source

You are requested to identify who provided financial support for the conduct of the research and/or preparation of the article and to briefly describe the role of the sponsor(s), if any, in study design; in the collection, analysis and interpretation of data; in the writing of the report; and in the decision to submit the article for publication. If the funding source(s) had no such involvement then this should be stated.

Funding body agreements and policies

Elsevier has established a number of agreements with funding bodies which allow authors to comply with their funder's open access policies. Some funding bodies will reimburse the author for the Open Access Publication Fee. Details of [existing agreements](#) are available online.

Creative Commons Attribution (CC BY)

Lets others distribute and copy the article, create extracts, abstracts, and other revised versions, adaptations or derivative works of or from an article (such as a translation), include in a collective work (such as an anthology), text or data mine the article, even for commercial purposes, as long as they credit the author(s), do not represent the author as endorsing their adaptation of the article, and do not modify the article in such a way as to damage the author's honor or reputation.

Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivs (CC BY-NC-ND)

For non-commercial purposes, lets others distribute and copy the article, and to include in a collective work (such as an anthology), as long as they credit the author(s) and provided they do not alter or modify the article.

The open access fee for this journal is **USD 2500**, excluding taxes. Learn more about Elsevier's pricing policy: <https://www.elsevier.com/openaccesspricing>.

Language (usage and editing services)

Please write your text in good American English. Authors who feel their English language manuscript may require editing to eliminate possible grammatical or spelling errors and to conform to correct scientific English may wish to use the English Language Editing service available from Elsevier's WebShop <http://webshop.elsevier.com/languageediting/> or visit our customer support site <http://support.elsevier.com> for more information.

Informed consent and patient details

Studies on patients or volunteers require ethics committee approval and informed consent, which should be documented in the paper. Appropriate consents, permissions and releases must be obtained where an author wishes to include case details or other personal information or images of patients and any other individuals in an Elsevier publication. Written consents must be retained by the author and copies of the consents or evidence that such consents have been obtained must be provided to

Elsevier on request. For more information, please review the [Elsevier Policy on the Use of Images or Personal Information of Patients or other Individuals](#). Unless you have written permission from the patient (or, where applicable, the next of kin), the personal details of any patient included in any part of the article and in any supplementary materials (including all illustrations and videos) must be removed before submission.

Submission

Our online submission system guides you stepwise through the process of entering your article details and uploading your files. The system converts your article files to a single PDF file used in the peer-review process. Editable files (e.g., Word, LaTeX) are required to typeset your article for final publication. All correspondence, including notification of the Editor's decision and requests for revision, is sent by e-mail.

Submit your article

Please submit your article via <http://www.ees.elsevier.com/jpd/>.

PREPARATION

Use of word processing software

It is important that the file be saved in the native format of the MS Word program. The text should be in single-column format. Keep the layout of the text as simple as possible. Most formatting codes will be removed and replaced on processing the article. In particular, do not use the word processor's options to justify text or to hyphenate words. However, do use bold face, italics, subscripts, superscripts etc. When preparing tables, if you are using a table grid, use only one grid for each individual table and not a grid for each row. If no grid is used, use tabs, not spaces, to align columns. The electronic text should be prepared in a way very similar to that of conventional manuscripts (see also the Guide to Publishing with Elsevier: <http://www.elsevier.com/guidepublication>). Note that source files of figures, tables and text graphics will be required whether or not you embed your figures in the text. See also the section on Electronic artwork.

To avoid unnecessary errors you are strongly advised to use the 'spell-check' and 'grammar-check' functions of your word processor.

Embedded math equations

If you are submitting an article prepared with Microsoft Word containing embedded math equations then please read this related support information (http://support.elsevier.com/app/answers/detail/a_id/302/).

Essential title page information

Title. Concise and informative. Titles are often used in information-retrieval systems. Avoid abbreviations and formulae. Trade names should not be used in the title. **Author names and affiliations.** Author's names should be complete first and last names. Where the family name may be ambiguous (e.g., a double name), please indicate this clearly. Present the authors' current title and affiliation, including the city and state/country of that affiliation. If it is private practice, indicate the city and state/country of the practice. Indicate all affiliations with a lower-case superscript letter immediately after the author's name and in front of the appropriate affiliation. **Corresponding author.** Clearly indicate who will handle correspondence at all stages of refereeing and publication, also post-publication. Ensure that phone numbers (with country and area code) are provided in addition to the e-mail address and the complete postal address. Contact details must be kept up to date by the corresponding author.

Title page format

Title: Capitalize only the first letter of the first word. Do not use any special formatting. Abbreviations or trade names should not be used. Trade names should not be used in the title. **Authors:** Directly under the title, type the names and academic degrees of the authors. Under the authors names, provide the title, department and institutional names, city/state and country (unless in the U.S.) of each author. If necessary, provide the English translation of the institution. If the author is in private practice, indicate where with city/state/country. Link names and affiliations with a superscript letter (a,b,c,d). **Presentation/support information and titles:** If research was presented before an organized group, indicate name of the organization and location and date of the meeting. If work was supported by a grant or any other kind of funding, supply the name of the supporting organization and the grant

number. Corresponding author: List the mailing address, business telephone, and e-mail address of the author who will receive correspondence. Acknowledgments: Indicate special thanks to persons or organizations involved with the manuscript. See [Sample Title page](#).

Formatting of funding sources

List funding sources in this standard way to facilitate compliance to funder's requirements:

Funding: This work was supported by the National Institutes of Health [grant numbers xxxx, yyyy]; the Bill & Melinda Gates Foundation, Seattle, WA [grant number zzzz]; and the United States Institutes of Peace [grant number aaaa].

It is not necessary to include detailed descriptions on the program or type of grants and awards. When funding is from a block grant or other resources available to a university, college, or other research institution, submit the name of the institute or organization that provided the funding.

If no funding has been provided for the research, please include the following sentence:

This research did not receive any specific grant from funding agencies in the public, commercial, or not-for-profit sectors.

Units

Follow internationally accepted rules and conventions: use the international system of units (SI). If other units are mentioned, please give their equivalent in SI.

Math formulae

Please submit math equations as editable text and not as images. Present simple formulae in line with normal text where possible and use the solidus (/) instead of a horizontal line for small fractional terms, e.g., X/Y. In principle, variables are to be presented in italics. Powers of e are often more conveniently denoted by exp. Number consecutively any equations that have to be displayed separately from the text (if referred to explicitly in the text).

Embedded math equations

If you are submitting an article prepared with Microsoft Word containing embedded math equations then please read this ([related support information](#)).

Artwork

Figure Submission

JPD takes pride in publishing only the highest quality figures in its journal. All incoming figures must pass a thorough examination in Photoshop before the review process can begin. With more than 1,000 manuscripts submitted yearly, the manuscripts with few to no submission errors move through the system quickly. Figures that do not meet the guidelines will be sent back to the author for correction and moved to the bottom of the queue, creating a delay in the publishing process.

File Format

All figures should be submitted as TIF files or JPEG files only.

Image File Specifications

Figure dimensions must be 5.75 × 3.85 inches.

Figures should be size-matched (the same physical size) unless the image type prohibits size matching to other figures within the manuscript, as in the case of panoramic or periapical radiographs, SEM images, or graphs and screen shots. Do not "label" the faces of the figures with letters or numbers to indicate the order in which the figures should appear; such labels will be inserted during the publication process. Do not add wide borders to increase size.

Resolution

The figures should be of professional quality and high resolution. The following are resolution requirements:

Color and black-and-white photographs should be created and saved at 300 dots per inch (dpi).

Note: A 5.75 × 3.85-inch image at a resolution of 300 dpi will be approximately 6 megabytes. A figure of less than 300 dpi must not be increased artificially to 300 dpi; the resulting quality and resolution will be poor.

Line art or combination artwork (an illustration containing both line art and photograph) should be created and saved at a minimum of 600dpi. Clarity, contrast, and quality should be uniform among the parts of a multipart figure and among all of the figures within a manuscript. A uniform background of nontextured, medium blue should be provided for color figures when possible.

Text within Images

If text is to appear within the figure, labeled and unlabeled versions of the figures must be provided. Text appearing within the labeled versions of the figures should be in **Arial font and a minimum of 10 pt.** The text should be sized for readability if the figure is reduced for production in the Journal. Lettering should be in proportion to the drawing, graph, or photograph. A consistent font size should be used throughout each figure, and for all figures, Please note: Titles and captions should not appear within the figure file, but should be provided in the manuscript text (see Figure Legends).

If a key to an illustration requires artwork (screen lines, dots, unusual symbols), the key should be incorporated into the drawing instead of included in the typed legend. All symbols should be done professionally, be visible against the background, and be of legible proportion should the illustration be reduced for publication.

All microscopic photographs must have a measurement bar and unit of measurement on the image.

Color Figures

Generally, a maximum of 8 figures will be accepted for clinical report and dental technique articles, and 2 figures will be accepted for tips from our reader articles. However, the Editor may approve the publication of additional figures if they contribute significantly to the manuscript.

Clinical figures should be color balanced. Color images should be in CMYK (Cyan/Magenta/Yellow/Black) color format as opposed to RGB (Red/Green/Blue) color format.

Graphs/Screen Captures

Graphs should be numbered as figures, and the fill for bar graphs should be distinctive and solid; no shading or patterns. Thick, solid lines should be used and bold, solid lettering. Arial font is preferred. Place lettering on white background is preferred to reverse type (white lettering on a dark background). Line drawing should be a minimum of 600 dpi. Screen Captures should be a minimum of 300 dpi and as close to 5.75 and 3.85 as possible.

Composites

Composites are multiple images within one Figure file and, as a rule, are not accepted. They will be sent back to the author to replace them with each image sent separately as, Fig. 1A, Fig. 1B, Fig. 1C, etc. Each figure part must meet JPD Guidelines. (Some composite figures are more effective when submitted as one file. These files will be reviewed per case.) Contact the editorial office for more information about specific composites.

Figure Legends

The figure legends should appear within the text of the manuscript on a separate page after Tables and should appear under the heading FIGURES. Journal style requires that the articles (a, an, and the) are omitted from the figure legends. If an illustration is taken from previously published material, the legend must give full credit to the source (see Permissions).

File Naming

Each figure file must be numbered according to its position in the text (Figure 1, Figure 2, and so on) with Arabic numerals. The electronic image files must be named so that the figure number and format can be easily identified. For example, a Figure 1 in TIFF format should be named fig. 1.tif. Multipart figures must be clearly identifiable by the file names: Fig. 1A, Fig. 1B, Fig. 1C, Fig. 1-unlabeled, Fig. 1-labeled, etc.

Callouts

In the article, clearly reference each Figure and Table by including its number in parentheses at the end of the appropriate sentence before closing punctuation. For example: The sutures were removed after 3 weeks (Fig. 4). Or: are illustrated in Table 4.

The *Journal* reserves the right to standardize the format of graphs and tables.

Authors are obligated to disclose whether illustrations have been modified in any way.

Thumbnails

Place thumbnails (reduced size versions) of your figures in Figures section below each appropriate legend.

Thumbnails refers to placing a small (compressed file) copy of your figure into the FIGURES section of the manuscript after each appropriate legend. No smaller than 2" × 1.5" and approximately 72dpi. The goal is to give the editors/reviewers something to review but we want to keep the dimensions and the file size small for easy access. These small images are called thumbnails.

Figures Quick Checklist

All files are saved as TIFFs or JPEGs (only). Figure size: 5.75" × 3.85" (radiographs, SEMS, and screen captures may vary but they must all be size-matched). Figures are 300 dpi; line or combo line/photo illustrations are minimum 600 dpi. For text in figures use Ariel font. Label the Figure files according to their sequence in the text. Provide figure legends in the manuscript Figure section. Place thumbnails (small versions of figure files approx. 2" × 1.5") in Figure section below each legend. Submit composite figure parts as separate files.

A detailed guide to electronic artwork is available on our website: You are urged to visit this site; some excerpts from the detailed information about figure preparation are given here. <http://www.elsevier.com/artworkinstructions>.

Please make sure that artwork files are TIFFs and with the correct resolution. If, together with your accepted article, you submit usable color figures then Elsevier will ensure, at no additional charge, that these figures will appear in color online (e.g., ScienceDirect and other sites) in addition to color reproduction in print. For further information on the preparation of electronic artwork, please see <http://www.elsevier.com/artworkinstructions>.

Illustration services

Elsevier's WebShop (<http://webshop.elsevier.com/illustrationservices>) offers Illustration Services to authors preparing to submit a manuscript but concerned about the quality of the images accompanying their article. Elsevier's expert illustrators can produce scientific, technical, and medical-style images, as well as a full range of charts, tables, and graphs. Image 'polishing' is also available, where our illustrators take your image(s) and improve them to a professional standard. Please visit the website to find out more.

Electronic Artwork

General points

- Make sure you use uniform lettering and sizing.
- Embed the used fonts if the application provides that option.
- Use the font Ariel or Helvetica in your illustrations.
- Number the illustration files according to their sequence in the text.
- Use a logical naming convention for your artwork files.
- Provide figure legends in the Figure section.
- Size the illustrations close to the desired dimensions of the published version.
- Submit each illustration as a separate file.

A detailed guide on electronic artwork is available on our website:

<http://www.elsevier.com/artworkinstructions>. **You are urged to visit this site; some excerpts from the detailed information are given here.**

Formats

If your electronic artwork is created in a Microsoft Office application (Word, PowerPoint, Excel) then please supply 'as is' in the native document format.

Regardless of the application used other than Microsoft Office, when your electronic artwork is finalized, please 'Save as' or convert the images to one of the following formats (note the resolution requirements for line drawings, halftones, and line/halftone combinations given below):

TIFF (or JPEG): Color or grayscale photographs (halftones), keep to a minimum of 300 dpi.

TIFF (or JPEG): Bitmapped (pure black & white pixels) line drawings, keep to a minimum of 600 dpi.

TIFF (or JPEG): Combinations bitmapped line/half-tone (color or grayscale), keep to a minimum of 600 dpi.

Please do not:

- Supply files that are optimized for screen use (e.g., GIF, PNG, PICT, WPG); these typically have a low number of pixels and limited set of colors;
- Supply files that are too low in resolution? or smaller than 5.75 × 3.85-inch.;
- Submit graphics that are disproportionately large for the content.

Color artwork

Please make sure that artwork files are in an acceptable format (TIFF or JPEG) and with the correct size and resolution. If, together with your accepted article, you submit usable color figures then Elsevier will ensure, at no additional charge, that these figures will appear in color online (e.g., ScienceDirect and other sites) in addition to color reproduction in print. For further information on the preparation of electronic artwork, please see <http://www.elsevier.com/artworkinstructions>.

Illustration services

Elsevier's WebShop offers Illustration Services to authors preparing to submit a manuscript but concerned about the quality of the images accompanying their article. Elsevier's expert illustrators can produce scientific, technical and medical-style images, as well as a full range of charts, tables and graphs. Image 'polishing' is also available, where our illustrators take your image(s) and improve them to a professional standard. Please visit the website to find out more.

Figure captions

Ensure that each illustration has a caption. Supply captions separately, not attached to the figure. A caption should comprise a brief title (**not** on the figure itself) and a description of the illustration. Keep text in the illustrations themselves to a minimum but explain all symbols and abbreviations used. See [Sample Figures page](#).

Tables

Tables should be self-explanatory and should supplement, not duplicate the text. Provide all tables at the end of the manuscript after the reference list and before the Figures. There should be only one table per page. Omit internal horizontal and vertical rules (lines). Omit any shading or color. Do not list tables in parts (Table 1a, 1b, etc.). Each should have its own number. Number the tables in the order in which they are mentioned in the text (Table 1., Table 2, etc). Supply a concise legend that describes the content of the table. Create descriptive column and row headings. Within columns, align data such that decimal points may be traced in a straight line. Use decimal points (periods), not commas, to mark places past the integer (eg, 3.5 rather than 3,5). In a line beneath the table, define any abbreviations used in the table. If a table (or any data within it) was published previously, give full credit to the original source in a footnote to the table. If necessary, obtain permission to reprint from

the author/publisher. The tables should be submitted in Microsoft Word. If a table has been prepared in Excel, it should be imported into the manuscript.

References

Citation in text

Please ensure that every reference cited in the text is also present in the reference list (and vice versa). Any references cited in the abstract must be given in full. Unpublished results and personal communications are not permitted in the reference list, but may be mentioned in the text. Citation of a reference as 'in press' implies that the item has been accepted for publication.

Reference links

Increased discoverability of research and high quality peer review are ensured by online links to the sources cited. In order to allow us to create links to abstracting and indexing services, such as Scopus, CrossRef and PubMed, please ensure that data provided in the references are correct. Please note that incorrect surnames, journal/book titles, publication year and pagination may prevent link creation. When copying references, please be careful as they may already contain errors. Use of the DOI is encouraged.

A DOI can be used to cite and link to electronic articles where an article is in-press and full citation details are not yet known, but the article is available online. A DOI is guaranteed never to change, so you can use it as a permanent link to any electronic article. An example of a citation using DOI for an article not yet in an issue is: VanDecar J.C., Russo R.M., James D.E., Ambeh W.B., Franke M. (2003). Aseismic continuation of the Lesser Antilles slab beneath northeastern Venezuela. *Journal of Geophysical Research*, <http://dx.doi.org/10.1029/2001JB000884>. Please note the format of such citations should be in the same style as all other references in the paper.

Acceptable references and their placement

Most, if not all, references should first be cited in the Introduction and/or Material and Methods section. Only those references that have been previously cited or that relate directly to the outcomes of the present study may be cited in the Discussion.

Only peer-reviewed, published material may be cited as a reference. Manuscripts in preparation, manuscripts submitted for consideration, and unpublished theses are not acceptable references.

Abstracts are considered unpublished observations and are not allowed as references unless follow-up studies were completed and published in peer-reviewed journals.

References to foreign language publications should be kept to a minimum (no more than 3). **They are permitted only when the original article has been translated into English.** The translated title should be cited and the original language noted in brackets at the end of the citation.

Textbook references should be kept to a minimum, as textbooks often reflect the opinions of their authors and/or editors. The most recent editions of textbooks should be used. Evidence-based journal citations are preferred.

Reference formatting

References must be identified in the body of the article with superscript Arabic numerals. At the end of a sentence, the reference number falls *after* the period.

The complete reference list, double-spaced and in numerical order, should follow the Conclusions section but start on a separate page. Only references cited in the text should appear in the reference list.

Reference formatting should conform to **Vancouver style** as set forth in "Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals" (Ann Intern Med 1997;126:36-47).

References should be manually numbered.

List up to six authors. If there are seven or more, after the sixth author's name, add et al.

Abbreviate journal names per the **Cumulative Index Medicus**. A complete list of standard abbreviations is available through the PubMed website: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/nlmcatalog/journals>.

Format for journal articles: Supply the last names and initials of all authors; the title of the article; the journal name; and the year, volume, and page numbers of publication. Do not use italics, bold, or underlining for any part of the reference. Put a period after the initials of the last author, after the article title, and at the end of the reference. Put a semicolon after the year of publication and a colon after the volume. *Issue numbers are not used in Vancouver style.*

Ex: Jones ER, Smith IM, Doe JQ. Uses of acrylic resin. J Prosthet Dent 1985;53:120-9.

Book References: The most current edition must be cited. Supply the names and initials of all authors/editors, the title of the book, the city of publication, the publisher, the year of publication, and the inclusive page numbers consulted. Do not use italics, bold, or underlining for any part of the reference.

Ex: Zarb GA, Carlsson GE, Bolender CL. Boucher's prosthodontic treatment for edentulous patients. 11th ed. St. Louis: Mosby; 1997. p. 112-23.

References should not be submitted in Endnote or other reference-generating software. Endnote formatting cannot be edited by the Editorial Office or reviewers, and must be suppressed or removed from the manuscript prior to submission. Nor should references be automatically numbered. Please number manually.

See [Sample Manuscript](#).
