



UNIVERSIDADE
ESTADUAL DE LONDRINA

ADRIELI BUREY

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MICROESTRUTURAIS
DE CIMENTOS RESINOSOS POR MICROTOMOGRAFIA
COMPUTADORIZADA**

Londrina
2016

ADRIELI BUREY

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MICROESTRUTURAIS
DE CIMENTOS RESINOSOS POR MICROTOMOGRÁFIA
COMPUTADORIZADA**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação do Centro de Ciências da Saúde da Universidade Estadual de Londrina como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia, Área de Concentração Clínica Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Márcio Grama Hoepfner.
Co-orientador: Prof. Dr. Bruno L. S. Vicentin.

Londrina
2016

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UEL

BUREY, Adrieli.

Avaliação das propriedades microestruturais de cimentos resinosos por microtomografia computadorizada / Adrieli BUREY. - Londrina, 2016.
59 f. : il.

Orientador: Márcio Grama Hoepfner.

Coorientador: Bruno L. S Vicentin.

Dissertação (Mestrado em Ciências da Saúde) - Universidade Estadual de Londrina, Centro de Ciências da Saúde, Programa de Pós-Graduação em Ciências da Saúde, 2016.
Inclui bibliografia.

1. Cimentos de resina - Tese. 2. Porosidade - Tese. 3. Microtomografia por Raio-X - Tese. I. Hoepfner, Márcio Grama . II. Vicentin, Bruno L. S. III. Universidade Estadual de Londrina. Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós-Graduação em Ciências da Saúde. IV. Título.

ADRIELI BUREY

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MICROESTRUTURAIS DE
CIMENTOS RESINOSOS POR MICROTOMOGRAFIA
COMPUTADORIZADA**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação do Centro de Ciências da Saúde da Universidade Estadual de Londrina como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia, Área de Concentração Clínica Odontológica.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Márcio Grama Hoepfner
Universidade Estadual de Londrina - UEL

Profª. Drª. Cássia Cilene Dezan Garbelini
Universidade Estadual de Londrina - UEL

Prof. Dr. Paulo José dos Reis
Universidade Estadual do Centro-Oeste -
UNICENTRO

Londrina, 22 de fevereiro de 2016.

Dedico este trabalho a minha mãe Claudia Hamulak Burey, pelo apoio incondicional dado durante toda a caminhada e pela insistência para que eu nunca desistisse, dedicando seus esforços na minha formação sempre com muito amor.

Ao meu pai Francisco Aertes Burey (in memorian), que sempre muito amável e carinhoso, me ensinou a lutar pelos ideais com humildade e simplicidade, com certeza, se estivesse presente entre nós, estaria vibrando por mais um passo dado.

Também ao Professor Márcio Grama Hoepfner, por ter sido um grande exemplo e incentivo quanto à docência, por ter exigido e acreditado em mim quando eu achei que não pudesse mais e principalmente, por além de orientador ter sido um grande amigo e conselheiro, me ensinando a ser uma pessoa melhor e de bom coração.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual de Londrina – UEL, na pessoa da coordenação da Pós-Graduação, Mestrado em Odontologia, **Professora Dr^a Solange de Paula Ramos**.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação, Mestrado em Odontologia da Universidade Estadual de Londrina – UEL, Professor Dr. Antonio Ferelle, Professora Dra. Cássia Dezan Garbelini, Professor Dr. Edwin Fernando Ruiz Contreras , Professora Dra. Elisa EmiTanaka, Professor Dr. Giovani de Oliveira Correia, Professor Dr. Glaykon Alex Vitti Stabille , Professor Dr. Hedelson Odenir Lecher Borges, Professor Dr. Luiz Reynaldo de Figueiredo Walter, Professor Dr. Márcio Grama Hoepfner, Professora Dra. Maria Celeste Morita, Professor Dr. Murilo Baena Lopes, Professor Dr. Wilson Trevisan Júnior, Professor Dr. Ricardo Sérgio Couto de Almeida, Professora Dra. Solange de Paula Ramos, por estarem sempre dispostos a ajudar e também por todo ensinamento a mim ofertado.

Ao meu orientador

Professor Dr. Márcio Grama Hoepfner, por toda exigência, paciência e disposição em repassar seus conhecimentos, além do grande incentivo à realização do mestrado.

À Professora Dra. Cássia Dezan Garbelini

Pela ajuda durante a redação dos projetos, discussão e análise estatística, sempre pronta a ajudar.

Aos Professores do Curso de Odontologia da UEL

Pelo convívio, por toda prestatividade sempre que precisei, em especial aos professores da disciplina de Dentística, Dra. Adriana de Oliveira Silva, Me.Eloísa Helena Aranda Garcia de Souza Ribeiro, Dr. Hebert Samuel Carafa Fabre, Dr. Wagner José Silva Ursi, que sempre me ajudaram em clínicas e laboratórios.

Aos Professores Dr. Bruno Luiz Santana Vicentin do departamento de Física da UEL e Dr. Paulo José dos Reis do departamento de Física da UNICENTRO

Por toda paciência, incansáveis explicações e colaboração direta no desenvolvimento deste trabalho.

Ao Laboratório de Análises por Técnicas de Raios X – LARX

Professor Dr. Carlos Appoloni pela liberação ao uso do Laboratório de Microtomografia e ao Professor Dr. Paulo José dos Reis pela ajuda na obtenção das imagens no aparelho microtomógrafo.

Aos colegas de mestrado,

Bruna Góis, Felipe Juliani, Maitê Soares, Marcela Moreira, Marisa França, Jussara Fratelli, Régis Brachtvogel, Luhana Garcia pela importante convivência em especial à Juliana Proença e Valéria Avelar por toda ajuda, dedicação nas atividades desenvolvidas e acima de tudo pela grande amizade que criamos.

Aos alunos do Curso de Odontologia

Com quem pude exercitar um pouco da docência, ensinando e aprendendo juntos.

Aos amigos

Fábio Martins Salomão por ter disponibilizado materiais para o desenvolvimento desta pesquisa e também ao Daniel Poletto, grande incentivador e amigo, sempre pronto a ajudar mesmo distante geograficamente.

Aos funcionários da COU/UEL

Pela compreensão e apoio nas atividades realizadas, em especial à Joceli Carlos pela convivência nestes dois anos de mestrado, sempre muito bem humorada e prestativa.

À empresa FGM

Pela doação dos materiais necessários à realização dos experimentos.

À CAPES

Pela ajuda de custo e incentivo ao estudo.

A TODOS os amigos e colegas

Que, direta ou indiretamente contribuíram para a realização desta dissertação e por torcerem por sempre por mim.

Muito Obrigada!

“Todas as vitórias ocultam uma abdicação.”

Simone de Beauvoir

BUREY, Adrieli. **Avaliação das propriedades microestruturais de cimentos resinosos por microtomografia computadorizada**. 2016. 56f. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina. 2016.

RESUMO

Neste estudo foi analisado o perfil de porosidade interna e a contração de polimerização resultante de diferentes métodos de iniciação da reação de polimerização de cimentos resinosos cimentantes. Os cimentos RelyX U200 (RU, 3M ESPE) e Allcem Core (AC, FGM) foram divididos em 4 grupos (n=5), de acordo com o modo de polimerização, químico (Q) e dual (D): RUQ, RUD, ACQ e ACD. Para a obtenção das amostras dos cimentos, de acordo com a sequência da aleatorização do experimento, foram confeccionadas matrizes individuais (n=20) em teflon com dimensão de 6mm de diâmetro externo, 4mm de diâmetro interno, 4mm de altura interna e 5cm de altura externa total. No RUD e ACD, a fotoativação foi realizada com um aparelho à base de diodo emissor de luz (LED), com potência de 1000mW/cm², durante 40 segundos. A análise por microtomografia computadorizada (μ CT) foi realizada 5 minutos após a automistura dos cimentos, em todos os grupos. Os resultados foram analisados estatisticamente por ANOVA e Teste t de student, quando dados paramétricos, e Kruskal-Wallis, seguido do pós-teste de Dunn, quando não paramétricos, considerando nível de significância de 5%. ACD apresentou menor concentração de porosidade interna em relação a RUQ e RUD. Para a contração de polimerização, observou-se um comportamento semelhante nos cimentos analisados entre seus respectivos métodos de iniciação de polimerização. Diante dos resultados obtidos sobre as propriedades microestruturais avaliadas e, considerando que estas podem comprometer a longevidade clínica dos procedimentos restauradores, conforme a sua magnitude, conclui-se que o cimento resinoso AC mostrou comportamento mais satisfatório para uso em procedimentos restauradores adesivos indiretos.

Palavras-chave: Cimentos de resina. Porosidade. Microtomografia por Raio-X.

BUREY, Adrieli. **Evaluation of microstructural properties of resin cements using micro-computed tomography**. 2016. 56f. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina. 2016.

ABSTRACT

In this study was analysed the porosity profile and shrinkage stress resulting from different methods of polymerization reaction initiation of resin cements. The cements RelyX U200 (RU, 3M ESPE) e Allcem Core (AC, FGM) materials were divided into 4 groups (n=5), according to the mode of polymerization, self-cured and dual-cured: RUC, RUD, ACC e ACD. To obtain samples of cement, according to the result of randomization of the experiment, were made cylindrical teflon matrix with the 6mm external diameter, 4mm internal diameter, 4mm internal height and 5cm external height. In RUD and ACD to light-cured was used a light emitting diode (LED), with intensity of 1000mW/cm², during 40 seconds. The analysis by microtomography computer (μ CT) was made 5 minutes after the material mixture, in all groups. Statistical analyses were performed using ANOVA and T student test to parametric data and Kruskal-Wallis followed by Dunn test to non-parametric data with significance level of 5%. ACD presented lower concentration of internal porosity about RUQ and RUD. To polymerization shrinkage, was observed a similar behavior for this materials that were evaluated between their polymerization reaction initiation methods. Based on the results of the microstructural properties evaluated and, considering that can implicate the longevity of restorative procedures, according their magnitude, can be conclude that AC resin cement showed a better behavior to indirect adhesive restorations procedures.

Key words: Resin Cements. Porosity. X-Ray Microtomography.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	MICROTOMOGRÁFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X (μCT)	12
2.1	FUNDAMENTOS TÉCNICOS DO μ CT	12
2.1.1	Aquisição.....	14
2.1.2	Pré Processamento.....	15
2.1.3	Processamento.....	16
3	REFERÊNCIAS	18
4	ARTIGO: Perfil de porosidade de cimentos resinosos sob diferentes Protocolos de cura por microtomografia de raios X	23
	APÊNDICES	34
	APÊNDICE A - Figuras	35
	APÊNDICE B - Tabelas.....	43
	ANEXO	44
	Anexos - Normas para publicação da revista Dental Materials.....	45

1. INTRODUÇÃO

Em função da evolução dos materiais odontológicos adesivos e da exigência estética apresentada pelos pacientes, os procedimentos restauradores indiretos ganharam grande notoriedade, pois, além da adesão aos substratos dentários, apresentam maior longevidade clínica (KELLY; BENETTI, 2011). Por estas razões, o entendimento das propriedades físicas, adesivas e estéticas dos cimentos resinosos tornou-se ainda mais relevante (HADDAD; ROCHA; ASSUNÇÃO, 2011; MEDINA et al., 2012).

Quanto à composição, os cimentos resinosos se assemelham às resinas compostas, porém, com menor quantidade de carga e maior fluidez, propriedades necessárias e essenciais as suas indicações clínicas. A matriz orgânica contém monômeros e oligômeros dimetacrilato. Moléculas com alto peso molecular, tais como Bis-GMA (Bisfenol-A Glicidil Metacrilato), UDMA (Uretano Dimetacrilato) e Bis-EMA (Bis-GMA etoxilado), são combinados com moléculas de menor peso molecular e baixa viscosidade, geralmente derivadas do DEGMA (Etilenoglicol Dimetacrilato) e TEGDMA (Trietilen Glicol Dimetacrilato), para alcançar um alto grau de conversão com contração volumétrica relativamente baixa. Partículas de cargas inorgânicas de vidro como bário, estrôncio ou zircônia, juntamente com partículas de sílica, tratadas com silano (agente de união), são adicionadas para garantir resistência mecânica, reduzir a solubilidade e a contração volumétrica gerada na polimerização do material (ANUSAVICE, 1998; DIAZ-ARNOLD et al., 1999; JACOBSEN; REES, 1992; KWON et al., 2012; PAUAL, 1997; SAKAGUCHI; POWERS, 2012; SIDERIDOU, et al., 2002).

A polimerização dos cimentos resinosos ocorre por um mecanismo de adição, iniciado por radicais livres que são gerados a partir da ativação e degradação de um iniciador. Assim, referenciando a forma como ocorre a ativação, podem ser classificados em: a) autopolimerizáveis (cura química); b) fotoativados (cura física, por luz visível), e c) de dupla polimerização/duais (cura química e física). Na cura química, os radicais livres são formados por reação redox do sistema amina-peróxido, onde a amina caracteriza-se como um iniciador e o peróxido de benzoíla como um ativador/acelerador (ANUSAVICE, 1998; SAKAGUCHI; POWERS, 2012; SALZ et al., 2005). Por sua vez, na cura física, o sistema de iniciação de radicais livres consiste de um fotoiniciador, frequentemente a canforoquinona, que, ao ser fotossensibilizado, reage com uma amina terciária. O resultado é a formação de um radical primário (FRANCO et al., 2014) que, estruturalmente, é semelhante ao gerado pela decomposição do peróxido de benzoíla, nos cimentos de cura química (ANUSAVICE, 1998; FRANCO et al., 2014; SAKAGUCHI; POWERS, 2012; SALZ et al., 2005).

Independente do tipo de cura, uma característica inerente a todos os materiais resinosos é a contração de polimerização, que, dependendo da sua magnitude, pode gerar: infiltração marginal, sensibilidade pós-operatória, cárie secundária, percolação marginal, falha adesiva e/ou coesiva do cimento, trincas na estrutura dentária ou no material restaurador (BRAGA et al., 2006; CAMPS, et al., 2000; DAVIDSON; FEILZER, 1997; FRANCO, et al., 2003; HASHIMOTO, et al., 2003; ILIE, et al. 2006; VERSLUIS; TANTBIROJN; 1999) e também, a formação de porosidades (CONDON; FERRACANE, 2002; FEILZER; DE GEE; DAVIDSON, 1988; MALKOÇ et al., 2015). Outro fato relevante é a presença de porosidades no interior da massa do cimento, que podem ser decorrentes: 1) de zona não corretamente polimerizada, podendo resultar em uma alta solubilidade e microinfiltração do mesmo (MALKOÇ et al., 2015; OYSAED; RUYTER, 1986); 2) da técnica de manipulação, uma vez que sempre que dois materiais são misturados, seja pó e líquido ou sistema pasta-pasta, bolhas de ar são incorporadas, tornando o material mais poroso; ou 3) do modo de inserção do material na cavidade (NOMOTO, McCABE, 2001). De acordo com Barralet et al. (2002), 10% de porosidade no interior do material pode reduzir cerca de 50% da sua força (MALKOÇ et al., 2015). A porosidade interna também reduz a resistência intrínseca do material e a união/adesão cimento aos substratos (NOMOTO; McCABE, 2001), conseqüentemente, a longevidade das restaurações indiretas (FLEMING; ADDISON, 2009; MALKOÇ et al., 2015).

As tensões geradas pela contração de polimerização dos cimentos resinosos dependem: da composição do cimento (FEILZER; DAUVILLIER, 2003; PEREIRA et al; 2005), do volume de material inserido na cavidade (FEILZER et al.,1993; ISHIKIRIAMA et al.; 2013), do método de polimerização do cimento (RUEGGEBERG; CAUGHMAN, 1993), do fator de configuração cavitária (fator-C) (FEILZER et al., 1987) e do grau de conversão do material durante a cura (BRAGA, FERRACANE, 2002; CALHEIROS et al., 2008; LU et al., 2004; RODE et al., 2007). Nos cimentos com cura física também há a influência da potência e do comprimento de onda da luz emitida pelo aparelho fotopolimerizador (ASMUSSEM; PEUTZFELDT, 2005; RODE et al., 2007), do intervalo de tempo e do momento de início da fotoativação da reação de polimerização (CARVALHO, et al., 1996; DAVIDSON, FEILZER, 1997; RODE et al., 2007).

Para a avaliação das falhas resultantes das tensões de contração de polimerização dos compósitos resinosos, as técnicas utilizadas normalmente limitam-se ao seccionamento dentário, seguido por obtenção de imagens destas secções (RASKIN et al., 2003). Porém, o seccionamento, embora efetivo, destrói a amostra e torna impossível o uso em testes

adicionais. Com o advento de técnicas por imagens (tomografia), o interno das estruturas pode ser monitorado e avaliado de maneira não destrutiva (SUN J et al., 2009; PELEKANOS et al., 2009; STOCK, 2009; MALKOÇ et al., 2015), por meio da obtenção de imagens bidimensionais (2D) e tridimensionais (3D) obtidas pela técnica denominada de microtomografia computadorizada de raios X (μ CT).

2. MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X (μ CT)

A μ CT é uma técnica que obtém imagens bidimensionais (2D) e tridimensionais (3D) de pequenas estruturas com uma alta resolução espacial (SUN et al., 2009). É um procedimento não destrutivo, com alto poder de resolução da ordem de microns que oferece inúmeras vantagens quando comparada a outras técnicas que exigem a secção das amostras (JUNG et al., 2005; MANNOCCI et al, 2005; MOKEEM-SALEH, et al, 2010) permitindo monitoramento e avaliação do interno das estruturas sem perdê-las. (PLOTINO et al., 2006).

2.1. Fundamentos técnicos do μ CT

O μ CT é um método de inspeção que fornece imagens detalhadas da região interna de materiais através do mapeamento do coeficiente de atenuação linear da amostra em análise. Esta metodologia é uma versão otimizada da tomografia axial computadorizada (TAC) e é aplicada para amostras de pequenas dimensões e com alta resolução espacial ($\sim 1\mu\text{m}$). Diferencia-se da TAC também, devido ao maior tempo de exposição das amostras, aumentando a dose, que neste caso é irrelevante, e das energias utilizadas na obtenção dos dados microtomográficos (TESEI, 2005).

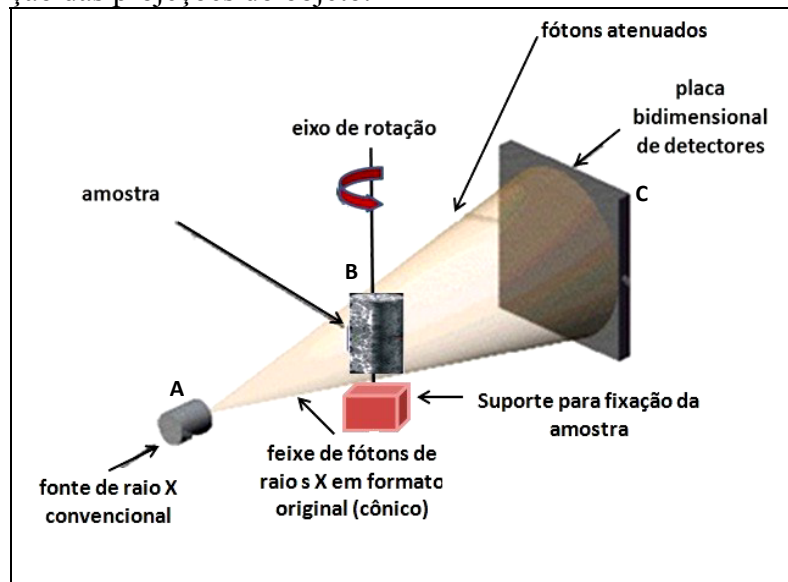
O princípio de funcionamento do microtomógrafo de raios X baseia-se na propriedade dos materiais absorverem esta radiação de forma diferenciada dependendo do seu número atômico efetivo. O objeto de estudo é dividido em “fatias” - corte axial ou tomogramas- (WHAITES, 2003; PASSONI, 2013) aonde são mapeados parâmetros físicos como a porosidade de cada região interna do objeto. A apresentação das análises é dada em imagens bidimensionais que podem ser compostas de modo a obter abjetos virtuais 3D, por meio de algoritmos computacionais (FERNANDEDES, 2014).

O sistema tomográfico é constituído basicamente por: uma fonte de radiação, amostra, conjunto de detectores de radiação e um sistema computacional (Figura 1). A formação de informações (imagens) é a mesma independente da geração do sistema

tomográfico que está sendo utilizado. No entanto, o tamanho da amostra, a precisão e a geração do aparelho a ser utilizado, influenciam no tempo necessário à aquisição de dados para a formação das imagens (PASSONI, 2013).

Na Figura 1 são mostrados esquematicamente os componentes de um microtomógrafo por feixe cônico e seus componentes, mostrando o giro da amostra durante a varredura abrangendo todo o seu volume.

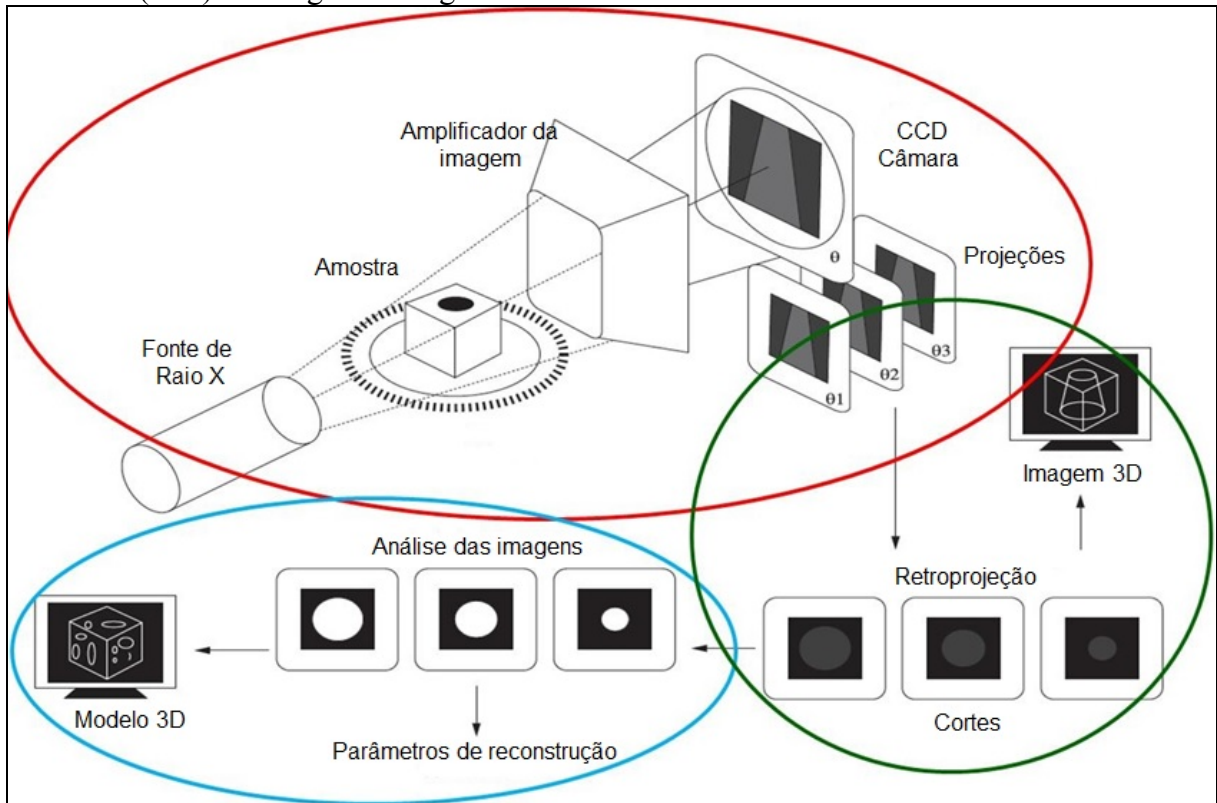
Figura 1. Esquema de um tomógrafo de raios X: a) fonte de raio X com um foco de direção micrométrica e um feixe cônico; b) manipulador do objeto através de mesa com movimento de precisão rotacional (θ) e translacional (direções X, Y e Z) onde é fixado o objeto a ser analisado; c) detector de radiação (câmara CCD) para aquisição das projeções do objeto.



Fonte: ALVES, 2012.

O procedimento para obtenção das imagens tomográficas que posteriormente serão transformadas em imagens digitais se realiza conforme as técnicas de Processamento Digital de Imagem (PDI), seguindo as etapas: a) aquisição (sistema fonte-amostra-detector); b) pré-processamento (reconstrução matemática, filtros e segmentação); c) processamento (análise quantitativa das propriedades de interesse) (Figura 2) (PASSONI, 2013).

Figura 2. Procedimento de aquisição (vermelho), pré-processamento (verde) e processamento (azul) de imagens tomográficas.



Fonte: Adaptado de PASSONI, 2013.

2.1.1. Aquisição

Durante o processo de aquisição ocorre o movimento de varredura (360°) do feixe de radiação sobre o objeto de interesse, no qual a radiação sofre diferentes processos de interação com matéria ao atravessar a amostra. Cada feixe interage com um dado ponto no interior de uma secção transversal da amostra em diversos ângulos, sofrendo atenuações e formando imagens que desenhavam as várias estruturas internas da amostra, que se tornam diferentes devido à variação do número atômico efetivo do material constituinte da amostra, que então é detectado no lado oposto da fonte (FERNANDES, 2009; PASSONI, 2013).

Cada ponto de uma secção transversal da amostra representa uma atenuação média dos vários ângulos varridos e os sinais elétricos analógicos são enviados ao sistema de computação que através de algoritmos específicos serão transformados em sinais digitais para compor as imagens que iremos ver na tela do computador. A imagem bidimensional (fatias das secções transversais) que vemos na tela do computador, corresponde a uma matriz dos valores de atenuação do feixe, visualmente apresentada em valores de níveis de cinza,

variando de 0 a 255, em formato analógico/digital a qual é representada através de *bits* (ARAÚJO, 2007; FERNANDES, 2009; HOFER, 2005; PASSONI, 2013).

2.1.2. Pré-processamento

Esta etapa pode ser dividida em: pré-processamento, realce e classificação. No pré-processamento os dados brutos são processados para a calibração da imagem, correção de distorções geométricas e remoção de ruídos (parâmetros de reconstrução e método matemático de reconstrução). Visando a melhora da qualidade da imagem e permissão de uma melhor discriminação dos constituintes da amostra (filtros na imagem) aplica-se o realce. Na classificação, são atribuídas classes aos objetos presentes nas imagens (segmentação). Todo este processo, cria uma completa representação 2D e 3D da microestrutura interna da amostra/objeto (FERNANDES, 2014; PASSONI, 2013).

Segundo Passoni (2013) a reconstrução tomográfica pode ser através de métodos de retroprojeção filtrada ou não filtrada. O método de retroprojeção filtrada é o mais conhecido e utilizado, por ser mais rápido que os demais (BUZUG, 2008; GULLBERG, 1986; KAK; SLANEY, 1988). Retroprojetar significa tomar o valor de um elemento adquirido em um ângulo θ e colocar este valor em todos os elementos ao longo de uma linha no ângulo θ da matriz da imagem. Todos os elementos da linha serão preenchidos com este mesmo valor, porque, neste estágio, a distribuição real da amostra ao longo da linha é desconhecida. Este processo será repetido para todos os elementos captados em todos os ângulos θ e os valores retroprojetados reforçarão uns aos outros em determinada localização (GULLBERG, 1986).

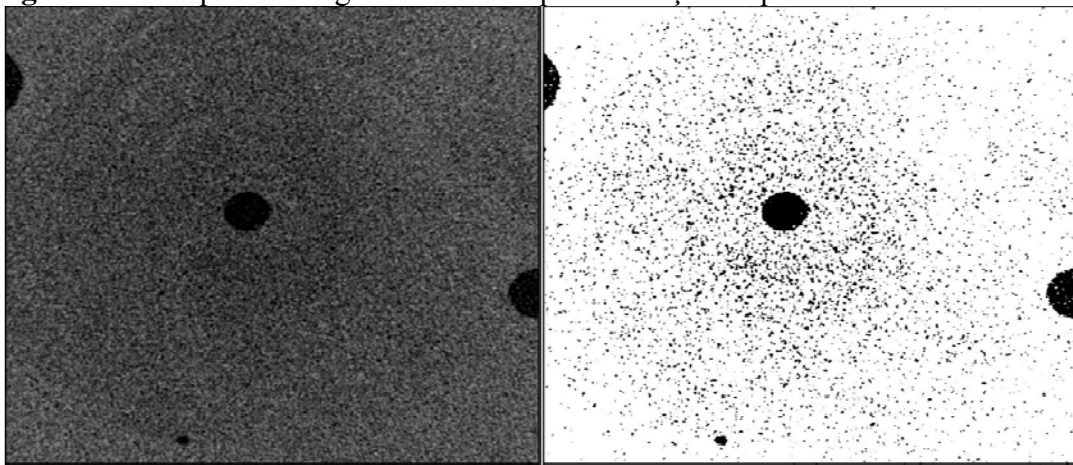
Duas categorias principais estão envolvidas nas técnicas de pré-processamento: métodos que operam no domínio espacial (filtros por convolução) e métodos que operam no domínio da frequência da imagem (análise de Fourier). A primeira baseia-se em filtros que manipulam o plano da imagem e a segunda, os filtros agem sobre o espectro da imagem (PASSONI, 2013). Computacionalmente, a filtragem no domínio da frequência é muito mais rápida do que a convolução no domínio espacial (ARAÚJO, 2008; MARQUES DA SILVA, 1998).

Dentre todas as etapas do pré-processamento, a segmentação (binarização) é considerada a mais crítica, pois, é nesta etapa que são definidas as regiões de interesse para processamento e análise posteriores e, como consequência disso, qualquer erro ou distorção, refletirão nas demais etapas de forma negativa (ELLIOT; HECK, 2007; MOREIRA et al.,

2012; TARQUIS et al., 2012). Esta utiliza duas abordagens principais: a de similaridade entre os *pixels* da imagem e a descontinuidade entre eles.

Para a similaridade entre os *pixels*, tem-se a binarização (imagem preta e branca) ou *image thresholding* Fig.3. Este tipo de segmentação é utilizado quando as amplitudes dos níveis de cinza são suficientes para caracterizar os poros na imagem (objetos). Esta distribuição das amplitudes dos níveis de cinza é facilmente visualizada em um histograma, o qual pode ser manipulado de forma a definir o melhor valor do limiar (PASSONI, 2013).

Figura 3. Exemplo de imagem binarizada para detecção de porosidades.



Fonte: O próprio autor.

Quando a binarização é realizada de modo automático ou semi-automático, cujos aplicativos estão disponíveis em programas específicos para o processamento de imagens digitais; um nível de cinza é considerado como um limiar de separação entre os *pixels* que compõem os poros e os *pixels* que compõem a fase sólida, o qual provavelmente não representa um limiar de separação adequado (PASSONI, 2013). Desta maneira, pode-se calcular a porosidade média correspondente para cada amostra.

Na técnica baseada na descontinuidade entre *pixels*, procura-se determinar variações abruptas do nível de luminância (preto e branco) entre *pixels* vizinhos. Desta maneira é permitido então, identificar o grupo de *pixels* que delimitam bordas e contornos dos objetos na imagem, denominando-se detecção de borda. Estando bem definidos estes grupos de *pixels* responsáveis pela detecção de borda e as suas probabilidades, a segmentação reduz-se a um problema de decisão estatística (PASSONI, 2013).

2.1.3. Processamento

A etapa final de um sistema de processamento de imagens é a que se extraem as informações úteis da imagem processada. Quando o objetivo do processamento obtiver informações numéricas, realiza-se a extração de propriedades da imagem (PASSONI, 2013).

Assim, o monitoramento da contração de polimerização de cimentos resinosos, bem como de falhas decorrentes dela, podem ser analisados por meio da obtenção de imagens bidimensionais (2D) ou tridimensionais (3D), determinando-se com grande precisão o volume de compósitos dentários poliméricos, principalmente quando se compara o volume do compósito antes e depois da polimerização (SUN et al., 2009), tornando, assim, uma ferramenta importante para o entendimento do comportamento da polimerização dos cimentos resinosos, caracterização e quantificação de defeitos, como as porosidades.

REFERÊNCIAS

- ACHILIAS, D.S.; SIDERIDOU, I.D. Kinetics of the benzoyl peroxide/amine initiated free-radical polymerization of dental dimethacrylate monomers: experimental studies and mathematical modeling for TEGDMA and Bis-EMA. **Macromolecules**, Washington DC, v.37, n. 11, p.4254-4265, may. 2004.
- ALVES, H.D.L. **Análise de porosidade de sedimentos geológicos usando a técnica de microtomografia computadorizada**. 2012. 102fls. Dissertação (Mestrado em Engenharia Nuclear) - COOPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro. 2012.
- ANUSAVICE, K.J. **Philips science of dental materials**. 10 ed. St. Louis, Missouri: Saunders Elsevier, 1998.
- ASMUSSEN, E; PEUTZFELDT, A. Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. **Journal of Dental Research**. [S.l.],v.80, n.6, p.1570-1573, Jun. 2001.
- BARRALET, J.E. et al. Effect of porosity reduction by compaction on compressive strength and microstructure of calcium phosphate cement. **Biomed Mater Res**. [S.l.], v.63, n.1, p.1-9, oct. 2002.
- BRAGA, R.R. et al. Influence of cavity dimensions and their derivatives (volume and 'C' factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations. **Dent Mater**. [S.l.], v. 22, n. 9, p.818-823, sep. 2006.
- BRAGA, R.R, FERRACANE, J.L. Contraction stress related to degree of conversion and reaction kinetics. **J Dent Res**. [S.l.], v. 81, n. 2, p. 114-118, feb. 2002.
- BUZUG, T.M. **Computed tomography: From photon statistics to modern cone-beam CT**. New York: Springer, 2008.
- CALHEIROS, F.C. et al. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system. **Dent Mater**. [S.l.], v. 24, n. 9, p. 1164-1168, sep. 2008.
- CAMPS, J. et al. Factors influencing pulpal response to cavity restorations. **Dent Mater**. [S.l.], v.16, n.6, p. 432-440, nov. 2000.
- CARVALHO, R.M. et al. A review of polymerization contraction: the influence of stress development versus stress relief. **Oper Dent**. [S.l.], v. 21, n. 1, p. 17-24, jan-feb. 1996.
- CONDON, J.R.; FERRACANE, J. L. Reduced polymerization stress through non-bonded nanofillerparticles. **Biomaterials**. [S.l.], v. 23, n. 18, p. 3807-3831, sep. 2002.
- DAVIDSON, C.L.; FEILZER, A. J. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. **J Dent Bristol**. [S.l.], v.25, n.6, p. 435-440, nov. 1997.
- DE GOES, M.F. Cimentos resinosos. In: CHAIN, Marcelo Carvalho; BARATIERI, Luiz Narciso. **Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores**. São Paulo: Artes Médicas, 1998. cap.6, p.176.

DIAZ-ARNOLD, A.M; DUNNE, J.T; JONES, A.H. Microhardness of provisional fixed prosthodontic materials. **J Prosthet Dent.** [S.l.], v. 82, n. 5, p. 525-528, nov. 1999.

FEILZER, A.J; DAUVILLIER, B.S. Effect of TEGDMA/BisGMA ratio on stress development and viscoelastic properties of experimental two-paste composites. **J Dent Res.** [S.l.], v. 82, n. 10, p. 824-828, oct. 2003.

FEILZER, A.J; DE GEE, A.J; DAVIDSON, C.L. Curing contraction of composites and glass ionomer cements. **J Prosthet Dent.** [S.l.], v. 59, n.3, p. 297-300, mar. 1988.

FEILZER, A.J; DE GEE, A.J; DAVIDSON, C.L. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. **J Dent Res.** [S.l.], v. 66, n. 11, p. 1636-1639, nov. 1987.

FEILZER, A.J; DE GEE, A.J; DAVIDSON, C.L. Setting stresses in composites for two different curing modes. **Dent Mater.** [S.l.], v. 9, n. 1, p. 2-5, jan. 1993.

FERNANDEDES, P.G. **Aplicação da microtomografia computadorizada para a análise morfológica bi e tridimensional na avaliação da perda óssea experimental em ratos.** 2014, 111 fls. Tese (Doutorado em Periodontia). Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto. 2014.

FERNANDES, J.S. **Caracterização microestrutural do espaço poroso de rochas reservatório da bacia do rio Tibagi por microtomografia de raios X.** 2009, 208 fls. Tese (Doutorado em Física). Universidade Estadual de Londrina, Londrina. 2009.

FLEMING, G.J.P.; ADDISON, O. Adhesive cementation and the strengthening of all-ceramic dental restoration. **J Adhes Sci Tech.** [S.l.], v. 23, [s. n.], p.945-959, 2009.

FONTES, A.S.; VICENTIN, B.L.S.; VALEZI, D.F.; COSTA, M.F.; SANO, W.; DI MAURO, E. A Multifrequency (X-, Q-, and W-band) EPR and DFT Study of a Photopolymerizable Dental Resin. **Appl Magn Reson**, v.45, p.681-692, 2014.

FRANCO, E.B. et al. Effect of the cavity configuration factor on the marginal microleakage of esthetic restorative materials. **Am J Dent**, San Antonio. v. 16, n. 3, p. 211-214, jun. 2003.

GULLBERG, G.T. et al. An attenuated projector-backprojector for interactive SPECT reconstruction. **Phys. Med. Biol.**, [S.l.], v. 30, n. 8, p. 799-816, aug. 1986.

HADDAD, M.F; ROCHA, E.P; ASSUNÇÃO, W.G. Cementation of Prosthetic Restorations: From Conventional Cementation to Dental Bonding Concept. **J Craniofac Surg.**, [S.l.], v. 22, n. 3, p. 952-958, may. 2011.

HASHIMOTO, M. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. **Biomaterials.** [S.l.], v. 24; n. 21, p. 3795-3803, sep. 2003.

HOFER, M. **Tomografia computadorizada: manual prático de ensino.** 6. ed. Rio de Janeiro: Revinter, 2005. 228p.

ILIE, N.; KUNZELMANN, K-H.; HICKEL, R. Evaluation of micro-tensile bond strengths of composite materials in comparison to their polymerization shrinkage. **Dent Mater.** [S.l.], v. 22, n. 7, p. 593-601, jul. 2006.

- ISHIKIRIAMA, S.K. et al. Influence of volume and activation mode on polymerization shrinkage forces of resin cements. **Brazilian Dental Journal**. Ribeirão Preto, v. 24, n. 4, p. 326-329, jul-aug. 2013.
- JACOBSEN, P H.; REES, J.S. Luting agents for ceramic and polymeric inlays and onlays. **Int Dent J**. [S.l.], v. 42; n. 3, p. 145-149, jun. 1992.
- JUNG, M.; LOMMEL D.; KLIMEK, J. The imaging of root canal obturation using micro-CT. **International Endodontic Journal**. [S.l.], v. 38, n. 9, p. 617-626, sep. 2005.
- KAK, A.C; SLANEY, M. **Principles of computerized tomographic imaging**. New York: IEEE Press, 1988. 329 p.
- KELLY, J R; BENETTI, P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. **Aust Dent J**. [S.l.], v. 56, n. 1, p. 84-96, jun. 2011.
- KWON, T-Y. et al. Cure mechanisms in materials for use in esthetic dentistry. **Journal of Investigative and Clinical Dentistry**, [S.l.], v. 3, n. 1, p.3-16, feb. 2012.
- LU, H.; STANSBURY, J.W.; BOWMAN, C. N. Towards the elucidation of shrinkage stress development and relaxation in dental composites. **Dent Mater**. [S.l.], v. 20, n. 10, p- 979-986, dec. 2010.
- MALKOÇ, M.A.; SEVIMAY, M.; TATAR, I.; ÇELIK, H.H. Micro-CT Detection and characterization of porosity in luting cements. **J Prosthodont**. [S.l.], v. 24, n. 7, p. 553-561, jan. 2015.
- MANNOCCI, F. et al. The isthmuses of the mesial root of mandibular molars: a micro-computed tomographic study. **Int Endod J**. [S.l.], v. 38, n. 8, p. 558-563, aug. 2005.
- MARQUES DA SILVA, A.M. **Reconstrução quantitativa de SPECT: Avaliação de correções**. 1998, 134fls. Tese (Doutorado em Física), Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo. 1998.
- MEDINA, A.D.C. et al. Marginal adaptation of indirect restorations using different resin coating protocols. **Braz Dent J**. Ribeirão Preto, v. 23, n. 6, p. 672-678, 2012.
- MOKEEM-SALEH, A. et al. A laboratory evaluation of the physical and mechanical properties of selected root canal sealers. **Int Endod J**. [S.l.], v. 43, n. 10, p. 882-888, oct. 2010.
- MOREIRA, A.C. et al. Effects of manual threshold setting on image analysis results of a sandstone sample structural characterization by X-ray microtomography. **Appl Radiat and Isot**. [S.l.], v.70, n.6, p.937-941, jun. 2012.
- NOMOTO, R.; McCABE, J.F. Effect of mixing on the compressive strength of glass ionomer cements. **Journal of Dentistry**. [S.l.], v. 29, n. 3, p. 205-210, mar. 2001.
- OYSAED, H; RUYTER, I.E. Water sorption and filler characteristics of composites for use in posterior teeth. **J Dent Res**. [S.l.], v. 65, n. 11, p. 1315-1318, nov. 1986.

- PASSONI, S. **Microtomografia de raios X na caracterização micromorfológica de solo submetido a diferentes manejos**. 2013, 146 fls. Dissertação (Mestrado em Ciências/Física). Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa. 2013.
- PAUL, S J. Adhesive luting procedures. **Quintessenz**. Berlin, [s.v.: s.n], p. 89-98, 1997.
- PELEKANOS, S. et al. Micro-CT evaluation of the marginal fit of different In-Ceram alumina copings. **Eur J Esthet Dent**. [S.l.], v. 4, n. 3, p. 278-292, 2009.
- PEREIRA, S.G. et al. Evaluation of two Bis-GMA analogues as potential monomer diluents to improve the mechanical properties of light-cured composite resins. **Dent Mater**. [S.l.], v. 21, n. 9, p. 823-830, sep. 2005.
- PLOTINO, G. et al. Three-dimensional imaging using microcomputed tomography for studying tooth macromorphology. **J Am Dent Assoc**. [S.l.], v.137, n. 11, p. 1555-1561, nov. 2006.
- RASKIN, A. et al. Influence of the number of sections on reliability of in vitro microleakage evaluations. **Am J Dent**. [S.l.], v. 16, n. 3, p. 207-210, jun. 2003.
- RODE, K.M.; KAWANO, Y.; TURBINO, M.L. Evaluation of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization. **Oper Dent**. [S.l.], v. 32, n. 6, p. 571-578, nov-dec. 2007.
- RUEGGEBERG, F A.; CAUGHMAN, W.F. The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. **Oper Dent**. [S.l.], v. 18, n. 2, p. 48-55, mar-apr. 1993.
- SAKAGUCHI, R.L; POWERS, J.M. Materiais para adesão e cimentação. In: _____ **Craig, materiais dentários restauradores**. 13ª ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2012. p. 353-375.
- SALZ, U; ZIMMERMANN, J; SALZER, T. Self-curing, self-etching adhesive cement systems. **J Adhes Dent**. [S.l.], v. 7, n. 1, p. 7-17, 2005.
- SIDERIDOU, I.; TSERKI, V; PAPANASTASIOU, G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials**. [S.l.], v. 23, n. 8, p. 1819-1829, apr. 2002.
- STOCK, Stuart: Micro CT in practice. In: STOCK, Stuart R.: **Micro Computed Tomography: Methodology and Applications**. Northwestern University, Evanston, Illinois, USA. CRC Press, Taylor & Francis Group. 2008,v.5. p. 85-108.
- SUN, Jirun; LIN-GIBSON, Sheng. X-ray microcomputed tomography for measuring polymerization shrinkage of polymeric dental composites. **Dent Mater**. Gaithersburg, USA. v. 24, n. 2, p. 228-234, feb. 2008.
- TARQUIS, A.M. et al. Variation in Spectral and Mass Dimension on Three-Dimensional Soil Image Processing. **Soil Science**. [S.l.: s.n.], v.177, p.87-97, 2012.
- TESEI, L. et al. Contrast enhanced X-ray microtomography of the bone structure adjacent to oral implants. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A**, Trieste, Italy. v.548, n. 1-2, p. 257-263, aug. 2005.

VERSLUIS, A.; TANTBOROJN, D. Theoretical considerations of contraction stress. **Compend Contin Educ Dent Suppl.** Lawrenceville, v. 25, n. 1, p. 24-32, nov. 1999.

WHAITES, Eric. **Princípios de Radiologia Odontológica.** 3 ed. São Paulo: Ed Artmed, 2003, 444p.

5. ARTIGO

Artigo formatado de acordo com as normas para publicação da revista Dental Materials (Anexo).

ISBN: 9780323316378

Avaliação do perfil de porosidade e contração de polimerização de cimentos resinosos com diferentes protocolos de cura.

Evaluation of porosity profile and shrinkage stress in resin cements with different curing protocol.

Adrieli Burey

Aluna do Programa de Mestrado em Odontologia da Universidade Estadual de Londrina – UEL, Londrina, Paraná, Brasil. e-mail: aburey@hotmail.com

Endereço postal: Rua Sargento João Nascimento Lopes 901, Centro. Laranjeiras do Sul, Paraná, Brasil. CEP: 85301-440 (Endereço permanente).

Professor Dr. Paulo José dos Reis

Professor do Departamento de Física da Universidade Estadual do Centro Oeste – UNICENTRO, Guarapuava, Paraná, Brasil. e-mail: pjlondrina@yahoo.com.br

Professor Dr. Bruno Luiz Santana Vicentin

Professor do Departamento de Física da Universidade Estadual de Londrina – UEL, Londrina, Paraná, Brasil. e-mail: bsvicentin@gmail.com

Professora Dr^a. Cássia Cilene Dezan Garbelini

Professora do Departamento de Medicina Oral e Odontologia Infantil da Universidade Estadual de Londrina – UEL, Londrina, Paraná, Brasil. e-mail: dgcassia@gmail.com

Professor Dr. Márcio Grama Hoepfner

Professor Adjunto do Departamento de Odontologia Restauradora da Universidade Estadual de Londrina – UEL, Londrina, Paraná, Brasil. e-mail: hoepfner@uol.com.br

Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni

Professor do Departamento de Física da Universidade Estadual de Londrina – UEL, Londrina, Paraná, Brasil. e-mail: appoloni@uel.br

Resumo

Objetivo: O objetivo deste estudo foi avaliar o perfil de porosidade interna e a contração de polimerização em cimentos resinosos utilizados para procedimentos restauradores adesivos indiretos.

Métodos: Foram avaliados 2 cimentos divididos em 4 grupos (n=5), de acordo com o modo de polimerização em: RUQ (RelyX U200 – Polimerização Química), RUD (RelyX U200 – Polimerização Dual), ACQ (Allcem Core – Polimerização Química), ACD (Allcem Core – Polimerização Dual). Matrizes cilíndricas em teflon (n=20) com 6mm de diâmetro externo, 4mm de diâmetro interno, 4mm de altura interna e 5cm de altura externa total foram confeccionadas e as amostras obtidas individualmente, de acordo com a sequência da aleatorização do experimento. A análise no μ CT foi realizada 5 minutos após a automistura nos grupos RUQ e ACQ e após a automistura e polimerização em RUD e ACD.

Resultados: ACD apresentou menor concentração de porosidade em relação à RUQ e RUD (P<0,05). Para RUD e ACD a contração de polimerização foi maior no terço inferior (I) da amostra e menor no terço superior (S), independente do modo de polimerização.

Significância: Considerando a metodologia aplicada, os resultados obtidos e o fato de que a contração de polimerização e a porosidade interna dos cimentos resinosos podem comprometer a longevidade clínica dos procedimentos restauradores, conclui-se que cimento resinoso AC mostrou comportamento mais satisfatório para uso em procedimentos restauradores adesivos indiretos.

PALAVRAS CHAVE: Cimentos de resina; Porosidade; Microtomografia por Raio-X.

1. INTRODUÇÃO

Em consequência da exigência estética apresentada pelos pacientes, da longevidade clínica dos tratamentos restauradores adesivos e da evolução do material, os cimentos resinosos têm sido empregados em grande escala na cimentação de restaurações indiretas e de retentores intraradiculares [1]. Portanto, o entendimento da reação de polimerização, das propriedades físicas, mecânicas, adesivas, estéticas e as alterações micro estruturais dos cimentos resinosos é relevante para a correta indicação, seleção e manipulação [2,3].

Nos cimentos resinosos de ativação química a polimerização ocorre por reação redox, a partir da degradação de um iniciador, enquanto que nos cimentos de ativação física a reação é iniciada pela geração de radicais livres liberados pela ativação de um fotoiniciador. Nos cimentos de dupla polimerização (dual) a reação é iniciada por reação física e química.

Essa categoria de cimento tem por objetivo assegurar a completa polimerização, mesmo quando utilizado sob restaurações opacas e/ou espessas [4,5].

Independente do método de iniciação da polimerização, uma característica inerente a todos os cimentos resinosos é a contração de polimerização. E, dependendo da magnitude com que ocorre, pode gerar tensões que comprometem a integridade da interface adesiva dente-restauração, provocam falha coesiva do cimento e/ou da estrutura dentária [6,7,8,9,10]. A contração de polimerização também pode resultar no aumento da porosidade interna do cimento [5,11], fator que compromete as propriedades mecânicas do cimento [6,13] e a longevidade do procedimento restaurador [5,13].

A avaliação das falhas resultantes da contração de polimerização dos cimentos resinosos pode ser feita por meio do seccionamento das amostras, seguido da obtenção de imagens destas secções [14], ou por meio da penetração de corantes [15]. Entretanto, embora efetivas, essas técnicas requerem a destruição das amostras, o que impossibilita a utilização das mesmas em testes adicionais [15]. Diferentemente, a microtomografia de Raios-X (μ CT) permite investigar os efeitos da contração de polimerização, a partir da reconstrução de secções transversais de amostras de forma não destrutiva, o que possibilita análises posteriores [16]. Essa característica a faz ser uma técnica aplicável para o estudo de muitos problemas na área odontológica.

O presente estudo tem por objetivo avaliar o perfil de porosidade interna e a contração resultante da iniciação da reação de polimerização de dois cimentos resinosos indicados para procedimentos restauradores adesivos indiretos.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

No presente estudo foram utilizados o cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) e o convencional Allcem Core (Dentscare Ltda. Joinville, SC, Brasil), ambos de dupla polimerização. Especificações quanto ao fabricante (lote), composição e cor dos cimentos estão descritas na Tabela B.1 (Apêndice B).

2.2. Métodos

2.2.1. Delineamento experimental

As amostras foram divididas em 4 grupos experimentais (n=5) tendo como fatores de estudo os cimentos resinosos (RelyX U200 - RU e Allcem Core - AC) e o método de iniciação da reação de polimerização (Química - Q e Dual - D): RUQ (RelyX U200

polimerização Química), RUD (RelyX U200 polimerização Dual), ACQ (Allcem Core polimerização Química), ACD (Allcem Core polimerização Dual). As variáveis de resposta quantitativa foram o perfil de porosidade interna na massa do cimento e a contração de polimerização.

2.2.2. *Obtenção das matrizes para análise no μ CT*

Com o auxílio de um torno mecânico (Nardini 350, Americana, SP, Brasil) foram confeccionadas matrizes cilíndricas em teflon com 6mm de diâmetro externo, 4mm de diâmetro interno, 4mm de altura interna e 5cm de altura externa total (Fig.A.1). A altura externa da matriz excede a altura interna para facilitar o seu posicionamento no aparelho de μ CT, sem a necessidade da utilização de um porta matriz. O teflon foi o material selecionado para confecção da matriz por possuir número atômico efetivo menor que o da amostra analisada, o que possibilita a separação em escala de cinza entre a amostra e o porta amostra.

Para evitar vieses de alocação, preparação e aferição das amostras, as etapas deste trabalho foram realizadas na forma de rodadas de aleatorização, utilizando o site www.random.org. Assim, a partir da obtenção de todas as matrizes, essas foram aleatorizadas nos grupos (5 matrizes por grupo). Na sequência, foi aleatorizada uma amostra representativa de cada grupo para compor as rodadas de confecção e leitura no μ CT.

2.2.3. *Obtenção das amostras*

Para a avaliação no μ CT, as amostras foram obtidas individualmente, respeitando a aleatorização. Para tanto, os cimentos foram manipulados de acordo com as instruções do fabricante e inseridos no interior da matriz com auxílio de ponta descartável de automistura. Na sequência, uma tira de poliéster Epitex (GC, São Paulo, SP, Brasil) foi posicionada sobre a matriz para evitar a inibição da reação de polimerização pelo oxigênio atmosférico [17], permanecendo sobre ela durante 5 minutos, tanto para as amostras de ativação química quanto para as fotoativadas. No grupo RUD e ACD, após o posicionamento da tira de poliéster, o cimento foi fotoativado com um fotopolimerizador à base de diodos emissores de luz (LEDs) Valo Cordless (Ultradent Products, South Jordan, UT, USA), de amplo espectro (comprimento de onda entre 395 e 480nm), no modo de potência *standard* de 1000mW/cm². O aparelho foi posicionado em contato direto com a tira de poliéster e a luz foi irradiada por 40 segundos.

2.2.4. Aquisição e reconstrução de imagens por μ CT

Decorridos 5 minutos do início da automistura dos cimentos RUQ e ACQ e 5 minutos após a fotoativação em RUD e ACD, a tira de poliéster foi removida e as amostras foram levadas ao aparelho de μ CT para análise e escaneadas em todo o seu volume com o equipamento μ CT SkyScan 1172 (Brucker BioSpin Corporation – Kontich, Bélgica), em temperatura ambiente e de acordo com os parâmetros listados na Tabela B.2. Foram analisados volumes com aproximadamente 25 mm^3 por amostra, em cada volume foi possível obter 1000 cortes transversais para a determinação do perfil de porosidade. Concluído o procedimento, as amostras foram armazenadas em estufa, a uma temperatura de $37^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, dentro de frascos individuais escuros e na ausência de luz.

As imagens em forma de projeções, que se apresentam como cortes verticais adquiridos pela rotação da amostra dentro do μ CT ao longo do seu próprio eixo (Fig.A.2A), foram posteriormente reconstruídas em cortes transversais por meio de um software especializado (NRecon versão 1.6.4.7, Skyscan, Kontich, Bélgica), fornecendo imagens em 2D (*slices*) da estrutura interna da amostra (Fig.A.2B-E).

Em seguida, para determinar a região de interesse (*regions of interest - ROI*), estas imagens transversais foram carregadas e analisadas pelo software CTAnaliser (Skyscan). Posteriormente, a partir da região determinada, foi obtido o volume de interesse (*volume of interest - VOI*) para as amostras de todos os grupos (Fig. 3A-D). Após todos os VOI terem sido determinados, foram carregados no software ImageJ- HybridMedianfilter para passar pelo processo de binarização [18] no intuito de separar sólido (cimento) de poro, estabelecendo-se um *limiar* de contraste para todas as amostras.

2.2.5. Análise do perfil de porosidade e contração de polimerização

Após reconstruídas e selecionadas, as imagens foram carregadas no CTan software (Skyscan) para a quantificação do percentual de porosidade interna da amostra. Para a porosidade, o próprio software realizou as análises a partir das imagens binarizadas dos 1000 cortes, sendo feitos os cálculos para a porosidade de cada corte, resultando em uma porcentagem média final para o volume total da amostra. Os dados numéricos obtidos foram tabelados para análise estatística.

Nas imagens de secção transversal (Fig.A.2B) foi mensurado o espaço visualizado entre a massa do cimento e a parede interna do porta amostra, com uma régua milimetrada presente na barra de ferramentas lateral do próprio software. Previamente, as regiões dos cortes a serem medidos: inferior (I), média (M) e superior (S), os quais distavam

respectivamente 0,5mm, 2mm e 3,5mm da base do corpo de prova, foram delimitadas nas imagens em projeções (Fig.A.4A) e para cada região, a contração foi mensurada em oito (8) pontos, todos passando no mesmo eixo, sobre as imagens de secção transversal (reconstruídas) (Fig. A.4B-D). Os valores obtidos foram tabelados para análise estatística.

2.2.6. Análise em MEV

Matriz metálica de aço inox com 11mm de diâmetro e 1mm de espessura foi utilizada para obter uma amostra representativa de cada grupo para análise e caracterização do perfil das partículas de carga em MEV.

Para visualizar o tamanho e a forma das partículas de carga presentes nos cimentos estudados foram obtidas imagens em MEV (Quanta 200, Philipps-FEI, Brno, República Tcheca) das quatro amostras representativas, uma de cada grupo. Estas foram fixadas em um *stub* e receberam a aplicação de fina película de ouro (20nm), por meio do aparelho *sputter coater* (SCD 050, BAL-TEC BALZERS, Principado de Liechtenstein), para, então, serem examinadas em MEV. Para cada amostra foram geradas imagens em aumento de 10.000X.

2.3. Análise estatística

A fim de verificar se os dados possuíam distribuição normal, empregou-se o teste de Shapiro-Wilk. Os dados que apresentavam distribuição normal foram avaliados por testes paramétricos (ANOVA e teste t de student) e os resultados estão expressos em média e desvio padrão. Aqueles que não atendiam os pressupostos para realização de testes paramétricos foram comparados pelo teste Kruskal-Wallis, seguido do pós-teste de Dunn, e os resultados estão expressos em mediana e quartis. Todas as análises foram feitas no software BioEstat 5.0, considerando-se um nível de significância de 5%.

3. RESULTADOS

3.1. Perfil de porosidade interna

Os resultados do perfil de porosidade interna estão apresentados na Tabela B.3. A distribuição dos dados não foi normal ($P < 0,05$). O teste de Kruskal-Wallis Houve indicou diferença significativa entre os grupos, e o teste de Dunn revelou que RUQ e RUD apresentava maior porosidade ACD.

A Figura A.5 ilustra o perfil de porosidade dos diferentes grupos nas diversas camadas de análise.

3.2. Contração de polimerização

Não foi possível mensurar a contração de polimerização nos grupos onde houve somente a polimerização química (RUQ e ACQ).

A contração de polimerização dos grupos RUD e ACD, nos terços I, M e S apresentaram distribuição normal ($P > 0,05$). Não foi constatada diferença estatisticamente significativa na comparação entre os grupos e no mesmo terço. ANOVA revelou diferença entre os terços I, M e S dentro do grupo ($P < 0,05$). Em ambos os grupos o terço I apresentou maior contração de polimerização que o médio e o superior ($P < 0,05$). Da mesma forma, tanto em RUD quanto em ACD, o terço M apresentou valores médios de contração de polimerização mais elevados que o terço S ($P < 0,05$) (Fig.A.6).

4. DISCUSSÃO

Em relação ao perfil de porosidade interna, ACD apresentou menor concentração de porosidade média quando comparado ao RUQ e RUD, mas não diferente do apresentado pelo ACQ. A composição química, a quantidade e o tamanho das partículas de carga inorgânicas presentes nos cimentos RU e AC podem ter influenciado no perfil de porosidade [19]. Esses fatores também influenciam diretamente no tipo de polimerização e nas propriedades físicas e mecânicas dos cimentos [19,20].

O RU é um cimento resinoso autoadesivo e, de acordo com Milutinóvic-Nikolíc et al. [21] e Aguiar et al. [22], essa categoria de cimento tem incorporado a sua composição ácidos e pó de óxido de zinco ou vidros de alumínio silicato, além da adição de ácido fosfórico. O pó dos cimentos de ionômero de vidro apresenta partículas na escala micrométrica, enquanto os cimentos resinosos apresentam partículas nanométricas. A diferença de tamanho entre as partículas resulta em espaços durante a manipulação e permite o aprisionamento de bolhas de ar [21], conseqüentemente, aumento da porosidade interna no cimento RU.

A presença de hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) na pasta catalizadora do cimento RU também pode ter influenciado na maior concentração de porosidades, independente do tipo de polimerização do cimento. O hidróxido de cálcio se dissocia em íons OH^- e Ca^{2+} , que, após dissolução, deixam espaços vazios, caracterizados como porosidades [23,24]. Esse fato também ratifica a hipótese de que a composição é um fator que influenciou no perfil de porosidade do cimento RU.

Na MEV o cimento AC apresentou partículas de cargas inorgânicas de menor tamanho e mais uniformes quanto à forma. A composição, inerente aos cimentos RU e AC e dependente dos fabricantes, não consegue ser compensada pelo tipo de iniciação de reação de

polimerização [25]. Esse fato justifica a semelhança no perfil de porosidade para RUQ e RUD, e ACQ e ACD.

A velocidade com que ocorre a reação de polimerização e a formação da estrutura polimérica também estão relacionadas ao aparecimento de porosidade interna, uma vez que essa pode ser resultante da tensão de contração de polimerização [11,20,26]. Nos cimentos com polimerização física a velocidade com que ocorre a contração resultante da polimerização é maior. A massa tende a ser mais homogênea e com menos poros, devido ao aumento das ligações cruzadas, a formação de cadeias poliméricas curtas e em maior número [27]. Enquanto que nos cimentos de polimerização química, a reação é mais lenta, há a formação de poucos radicais, resultando em cadeias mais longas e lineares, com menos ligações cruzadas [28,29]. Entretanto, com base nos resultados obtidos neste trabalho, o método de iniciação da reação de polimerização não influenciou significativamente no perfil da porosidade interna dos cimentos RU e AC (Fig.A.5).

A contração volumétrica é uma redução natural inerente aos polímeros odontológicos e neste trabalho foi mensurada e comparada apenas no RUD e ACD. No μ CT não foi possível detectar qualquer desprendimento da massa do RUQ e ACQ em relação às paredes internas da matriz, característica de contração volumétrica. Assim, estabeleceu-se que a contração de polimerização não foi significativa nestes grupos.

Para Braga et al. [28], a reação de polimerização dos cimentos ativados quimicamente é mais lenta, gera menos tensão e o material consome mais tempo para alcançar rigidez (vitificação). A fase viscosa é prolongada e as moléculas do material podem facilmente se rearranjar e dissipar parte das tensões geradas pela contração. Outra hipótese apresentada pelos autores é que a menor tensão é consequência do menor grau de conversão, o que diminui o módulo de elasticidade do material. Hipóteses que justificam a não mensuração da contração de polimerização para RUQ e ACQ.

Os valores de contração de polimerização foram analisados comparando os resultados obtidos nas regiões I, M e S, para RUD e ACD, sem diferença estatisticamente significativa. Na sequência, foram comparadas as diferentes regiões dentro do mesmo grupo amostral, com diferença significativa (Fig.A.6).

O volume do material inserido, a profundidade e configuração da cavidade podem influenciar no grau de conversão, na polimerização e na dureza dos compósitos [30,31]. Assim, em RUD e ACD a luz emitida pelo aparelho fotopolimerizador teria dificuldade para propagar e fotosensibilizar o material na região I da matriz. A polimerização deveria ocorrer mais lentamente e a contração gerada deveria ser menor. Entretanto, para RUD e ACD os

valores obtidos foram maiores em I, seguido de M e menor em S. A potência do aparelho fotopolimerizador empregado, o tempo de fotopolimerização e a energia resultante do processo de polimerização [30, 32] podem ter deslocado mais intensamente os cimentos em direção à luz, deixando mais evidente na região I os efeitos dessa movimentação. Outro fator a considerar, foi à pressão exercida pela ponta do aparelho fotopolimerizador sobre a tira de poliéster, durante todo o período de fotoativação em todas as amostras. Essa ação física pode ter limitado a movimentação do cimento na região S em virtude do comportamento tixotrópico destes materiais [33].

5. CONCLUSÃO

Considerando a metodologia aplicada, os resultados obtidos e o fato de que a contração de polimerização e a porosidade interna dos cimentos resinosos podem comprometer a longevidade clínica dos procedimentos restauradores, conclui-se que cimento resinoso AC mostrou comportamento mais satisfatório para uso em procedimentos restauradores adesivos indiretos.

AGRADECIMENTOS

Agradecimento a Universidade Estadual de Londrina - UEL pela disponibilização dos equipamentos necessários para a realização do trabalho, a CAPES pelo incentivo através de bolsa de estudo e a empresa FGM pelo fornecimento de material.

REFERÊNCIAS

- [1] Kelly JR, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J*, 2011; 56:84-96.
- [2] Haddad MF, Rocha EP, Assuncao WG. Cementation of Prosthetic Restorations: From Conventional Cementation to Dental Bonding Concept. *J Craniofac Surg*, 2011; 22:952-958.
- [3] Medina ADC, Paula AB, Fucio SBP, Puppim-Rontani RM, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MAC. Marginal adaptation of indirect restorations using different resin coating protocols. *Braz Dent J*, 2012; 23:672-678.
- [4] Salz U, Zimmermann J, Salzer T. Self-curing, self-etching adhesive cement systems. *J Adhes Dent*, 2005; 7:7-17.
- [5] Malkoç MA, Sebimay M, Tatar I, Çelik HH. Micro-CT Detection and characterization of porosity in luting cements. *J Prosthodont*, 2015; 24:553-61.
- [6] Davidson, CL, Feilzer, AJ. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. *J Dent Bristol*, 1997; 25: 435-440.
- [7] Versluis A, Tantborojn D. Theoretical considerations of contraction stress. *Compend Contin Educ Dent*, 1999; 20:24 – 32.

- [8] Camps J, Dejou J, Remusat M, About I. Factors influencing pulpal response to cavity restorations. *Dent Mater*, 2000; 16:432–440.
- [9] Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials*, 2003; 24:3795–3803.
- [10] Braga RR, Boaro LCC, Kuroe T, Azevedo CLN, Singer JM. Influence of cavity dimensions and their derivatives (volume and ‘C’ factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations. *Dent Mater*, 2006; 22:818–823.
- [11] Condon JR, Ferracane JL. Reduced polymerization stress through non-bonded nanofillerparticles. *Biomaterials*, 2002; 23:3807-3831.
- [12] Barralet JE, Gaunt T, Wright AJ, Gibson IR, Knowles JC. Effect of porosity reduction by compaction on compressive strength and microstructure of calcium phosphate cement. *Biomed Mater Res*, 2002; 63: 1-9.
- [13] Fleming GJP, Addison O. Adhesive cementation and the strengthening of all-ceramic dental restoration. *J Adhes Sci Tech*, 2009; 23:945-959.
- [14] Raskin A, Tassery H, D'Hoore W, Gonthier S, Vreven J, Degrange M, Déjou J. Influence of the number of sections on reliability of in vitro microleakage evaluations. *Am J Dent*, 2003; 16:207-10.
- [15] Chiang YC, et al. Polymerization composite shrinkage evaluation with 3D deformation analysis from microCT images. , 2010; 26: 223-231.
- [16] Sun J, Lin-Gibson S. X-ray microcomputed tomography for measuring polymerization shrinkage of polymeric dental composites. *Dent Mater*, 2008; 24:228–234.
- [17] Essam S, Shawkat, AC, Shortall OA, William MP. Oxygen inhibition and incremental layer bond strengths of resin composites. *Dental Mater*, 2009; 25:1338–1346.
- [18] Moreira AC, et al. Effects of manual threshold setting on image analysis results of a sandstone sample structural characterization by X-ray microtomography. *Appl Radiat and Isot*, 2012; 70:937-941.
- [19] Di Francescantonio M, Aguiar TR, Arrais CA, Cavalcanti AN, Davanzo CU, Giannini M. Influence of viscosity and curing mode on degree of conversion of dual-cured resin cements. *Eur J Dent*, 2013; 7:81-85.
- [20] Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stresses in composites for two different curing modes. *Dent Mater*, 1993; 9:2-5.
- [21] Mulltinovic-Nikolic AD, Medi VB, Vukovic ZM. Porosity of different dental luting cements. *Dent Mater*, 2007; 23:674-678.
- [22] Aguiar TR, Francescantonio M, Bedran-Russo AK, Marcelo Giannini. Inorganic composition and filler particles morphology of convencional and self-adhesive resin cements by SEM/EDX. *Microsc Res Tech*, 2012; 75:1348-1342.
- [23] Mutal L, Gani O. Presence of pores and vacuoles in set endodontic sealers. *Int Endod J*, 2005; 38:690-696.
- [24] Uyanik MO, Nagas E, Cubukcu HE, Dagli F, Cehreli ZC. Surface porosity of hand mixed syringe-mixed and encapsulated set endodontic sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, 2010; 109:117-22.
- [25] Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B. Comparison of photoactivation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil*, 2001;28: 1022-1028.
- [26] Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: a systematic review. *Dent Mater*, 2005; 21: 962-970.

- [27] Soh MS, Yap AU. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent*, 2004; 32: 321-326.
- [28] Braga RR, César PF, Gonzaga CC. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *J Oral Rehabil*, 2002; 29: 257-6.
- [29] Sigemori RM, Reis AF, Giannini M, Paulillo LA. Curing depth of a resin-modified glass ionomer and two resin-based luting agents. *Oper Dent*, 2005; 30: 185-189.
- [30] Koupis NS, Vercruyse CW, Marks LA, Martens LC, Verbeeck RM. Curing deth of (polyacid-modified) composite resins determined by scraping and penetrometer. *Dent Mater*, 2004; 20:908-914.
- [31] Tay FR, Loushine RJ, Lambrechts P, Weller RN, Pashley DH. Geometric factors affecting dentin bonding in root canals: a theoretical modeling approach. *J Endod*, 2005; 31:584:589.
- [32] Mehl A, Hickel R, Kunzelmann KH. Physical properties and gap formation of light-cured composites with and whithout 'softstart-polymerization'. *J Dent*, 1997; 25:321-330.
- [33] Goracci C, Cury AH, Cantoro A, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M. Microtensile bond strength and interfacial properties of self-etching and self-adhesive resin cements used to lute composite onlays under different sealing forces. *J Adhes Dent*, 2006; 8:327-335.

APENDICES

APÊNDICE A
Figuras

Figura A.1

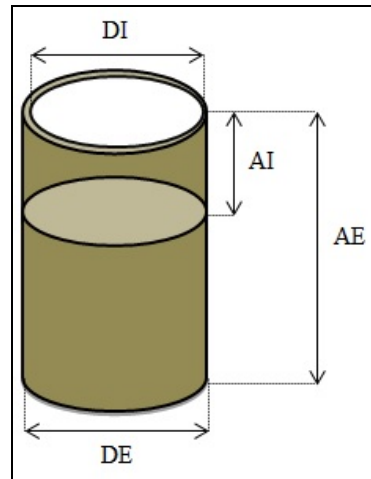


Fig. A.1 - Representação esquemática da matriz para análise no μ CT: DI (Diâmetro Interno) = 4mm, DE (Diâmetro Externo) = 6mm; AE (Altura Externa) = 5cm e AI (Altura Interna) = 4mm.

Figura A.2

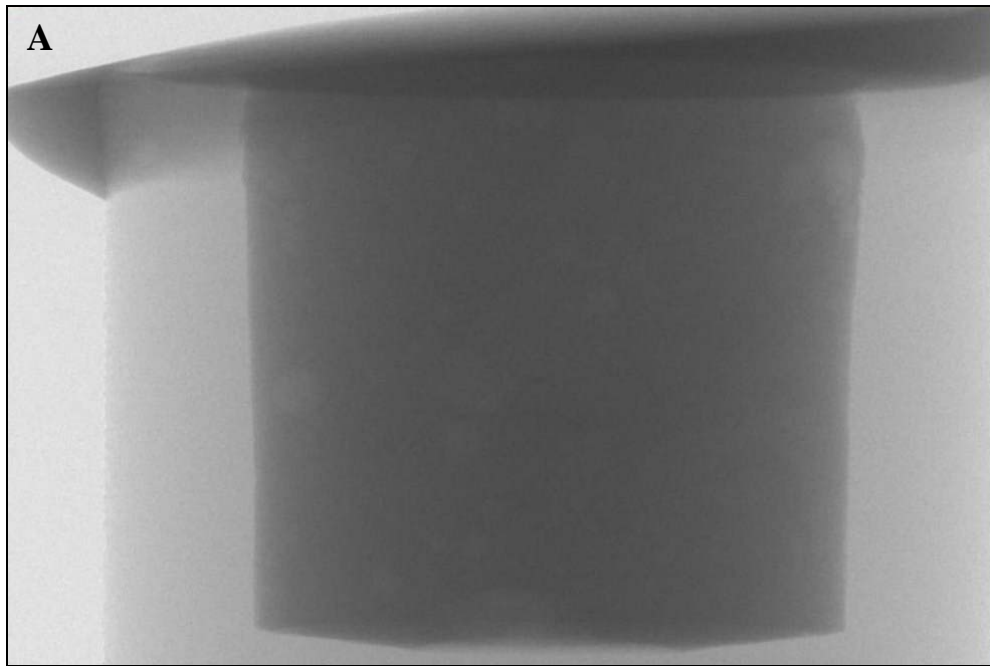
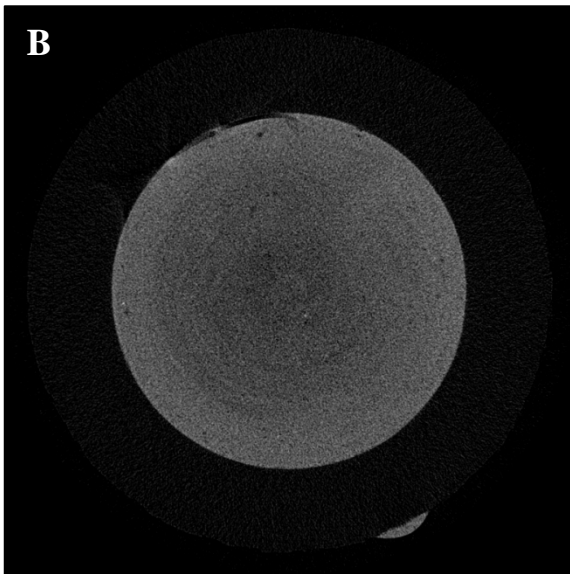
Fig.A.2 – A: Imagem de Raio-X gerada pelo μ CT

Fig.A.2 – B: Reconstrução da secção transversal pelo software NRcon: RUQ.

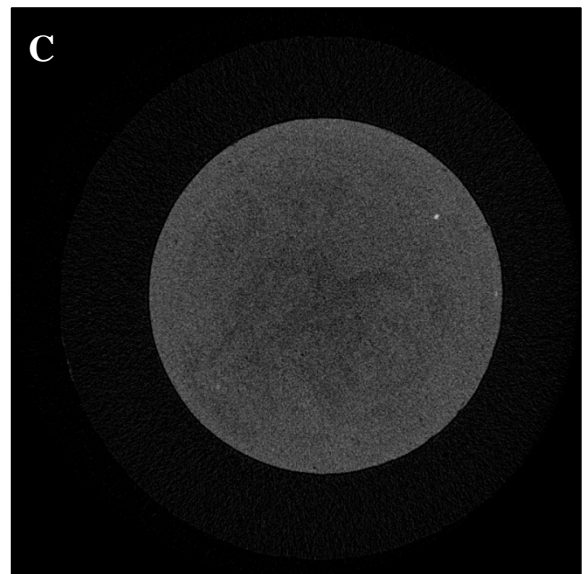


Fig.A.2 – C: Reconstrução da secção transversal pelo software NRcon: RUD.

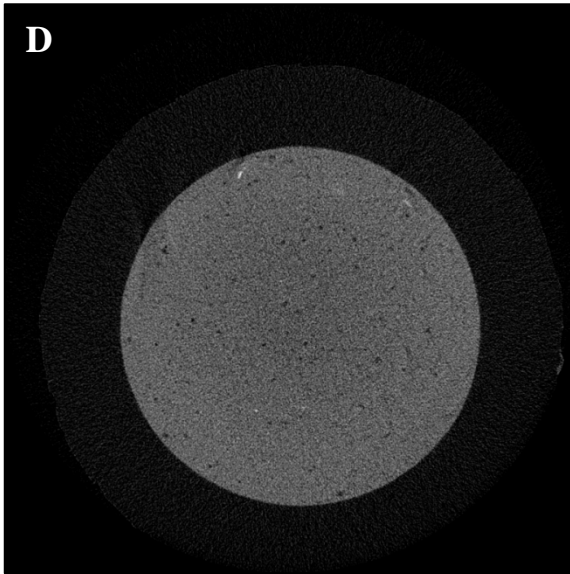


Fig.A.2 – D: Reconstrução da secção transversal pelo software NRcon: ACQ.

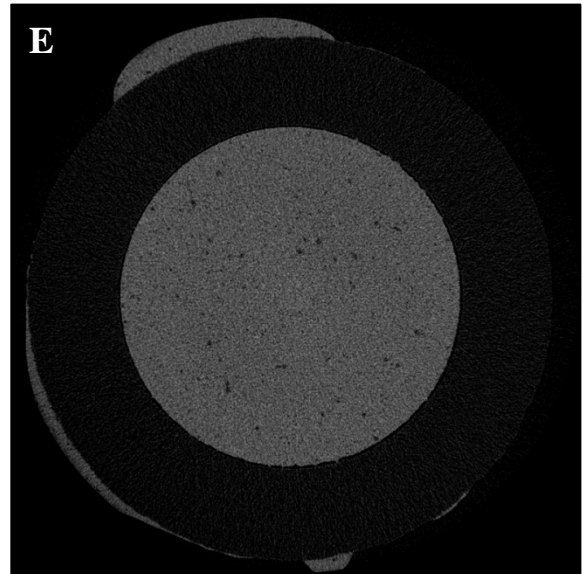


Fig.A.2 – E: Reconstrução da secção transversal pelo software NRcon: ACD.

Figura A.3

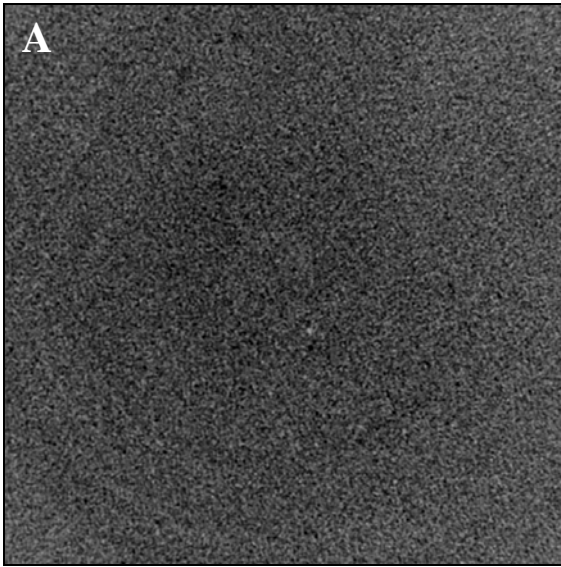


Fig.A.3 – A: Imagem VOI de RUQ.

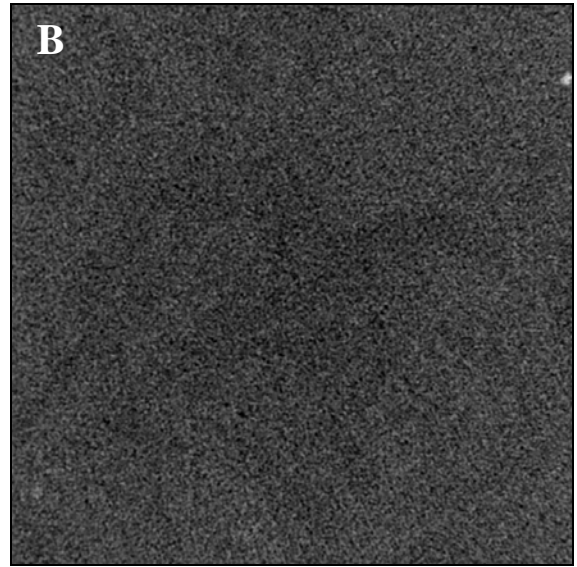


Fig.A.3 – B: Imagem VOI de RUD.

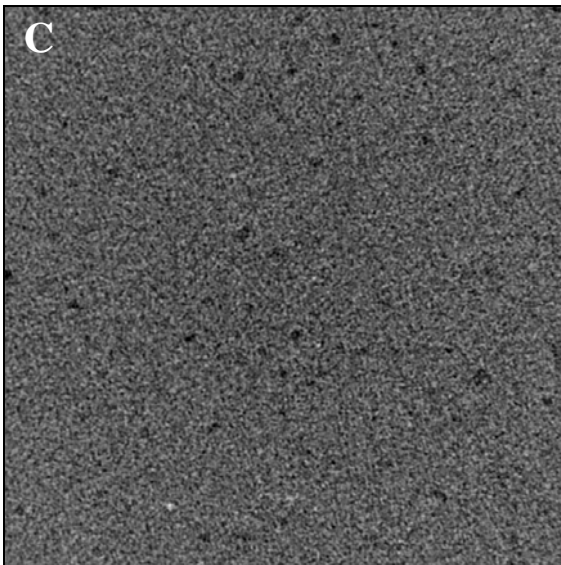


Fig.A.3 – C: Imagem VOI de ACQ.

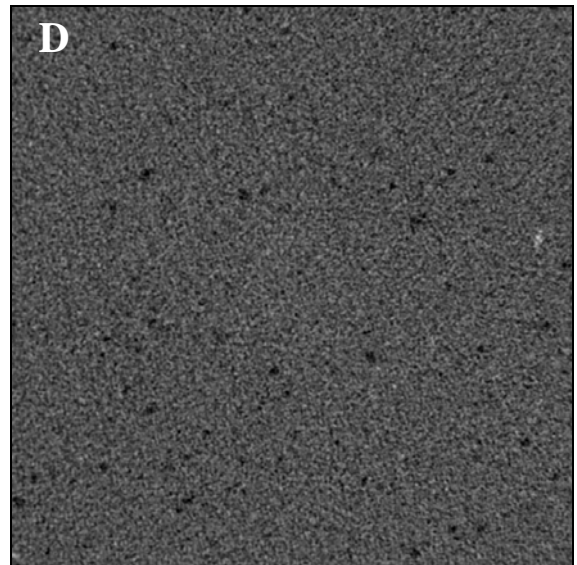


Fig.A.3 – D: Imagem VOI de ACD.

Figura A.4

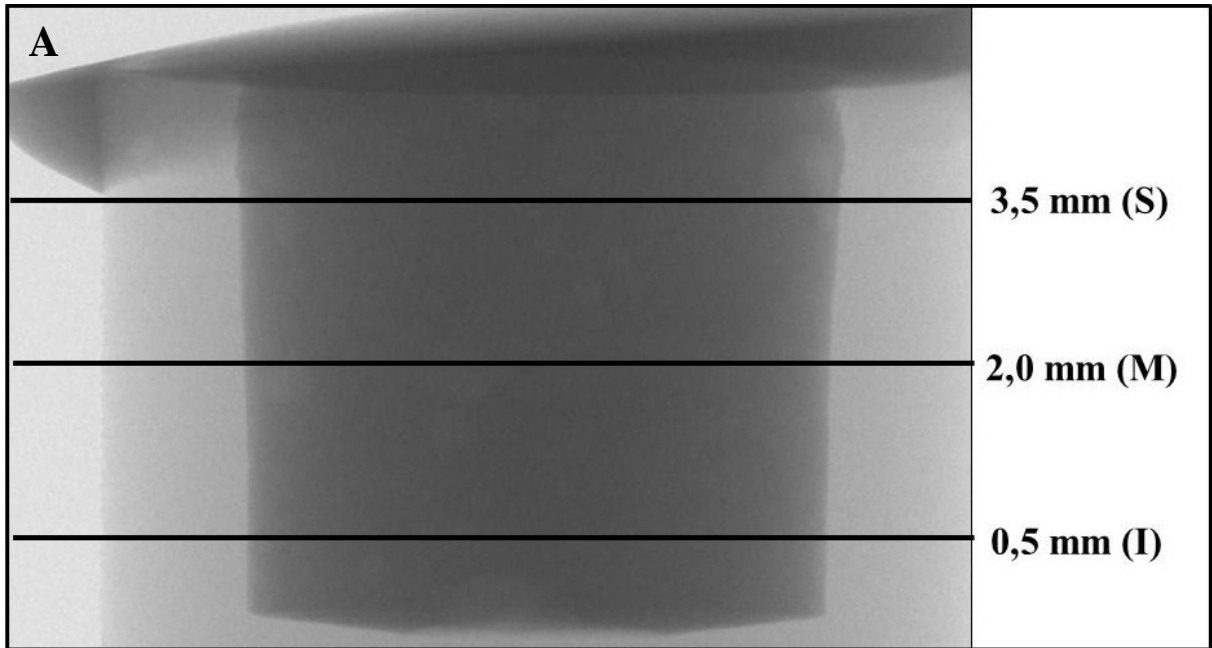


Fig.A.4 – A: Delimitação das regiões onde foram avaliadas para contração de polimerização.

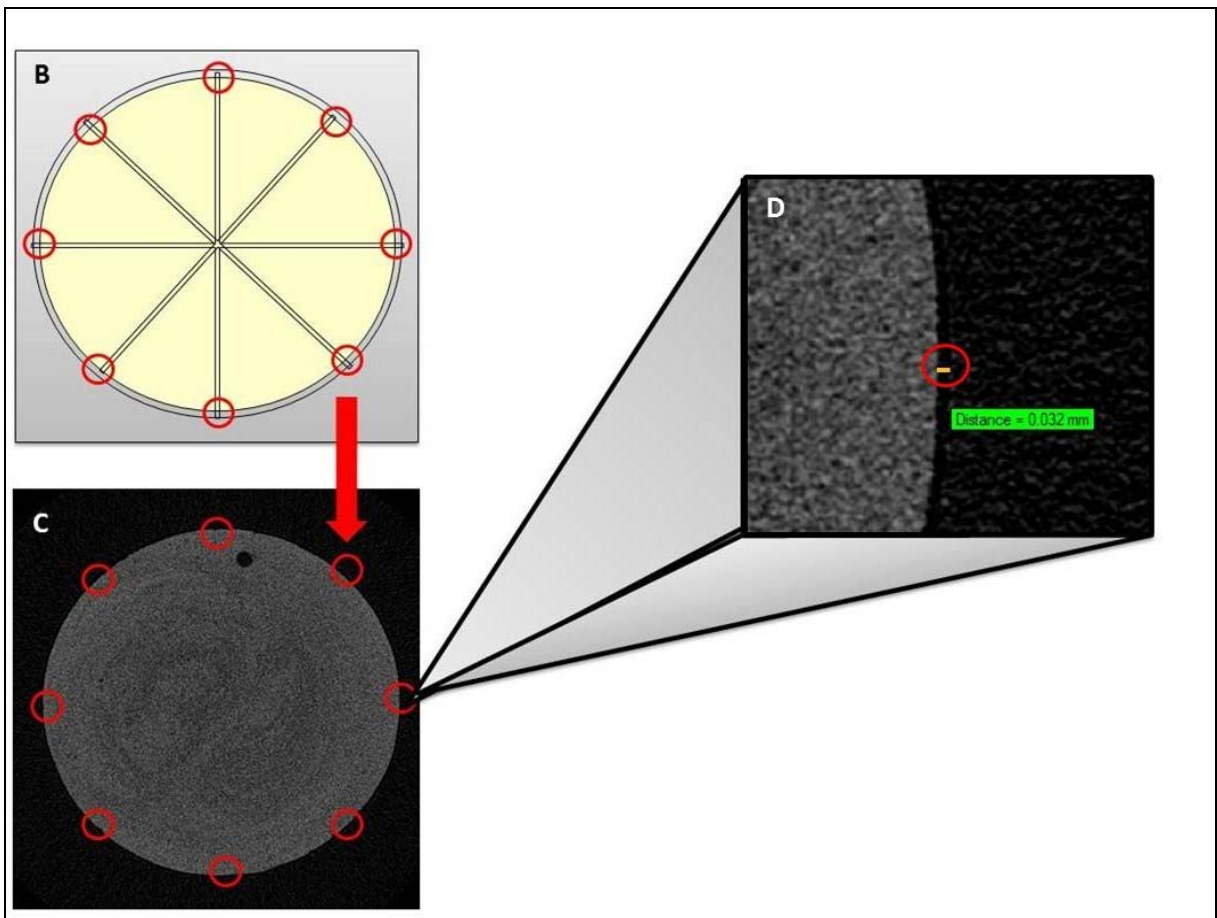


Fig.A.4 – B: Esquema de marcação dos pontos; C: Determinação dos pontos sobre a imagem de corte transversal ; D: Aumento da região onde foi realizada a medida com régua milimetrada.

Figura A.5

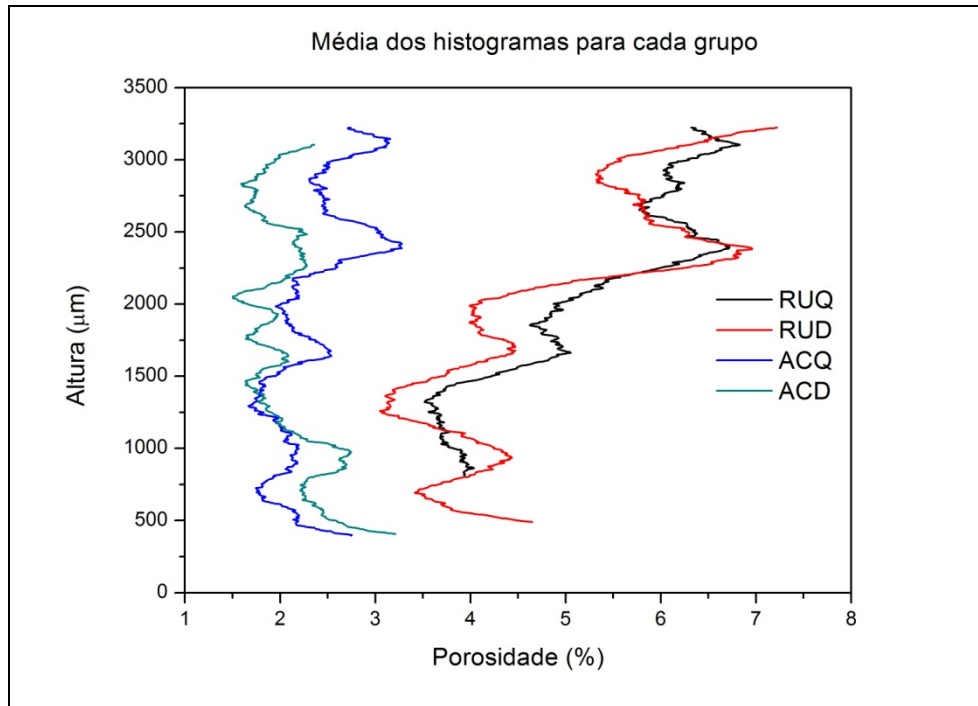


Fig. A.5 – Histograma do perfil de porosidade entre os grupos.

Figura A.6

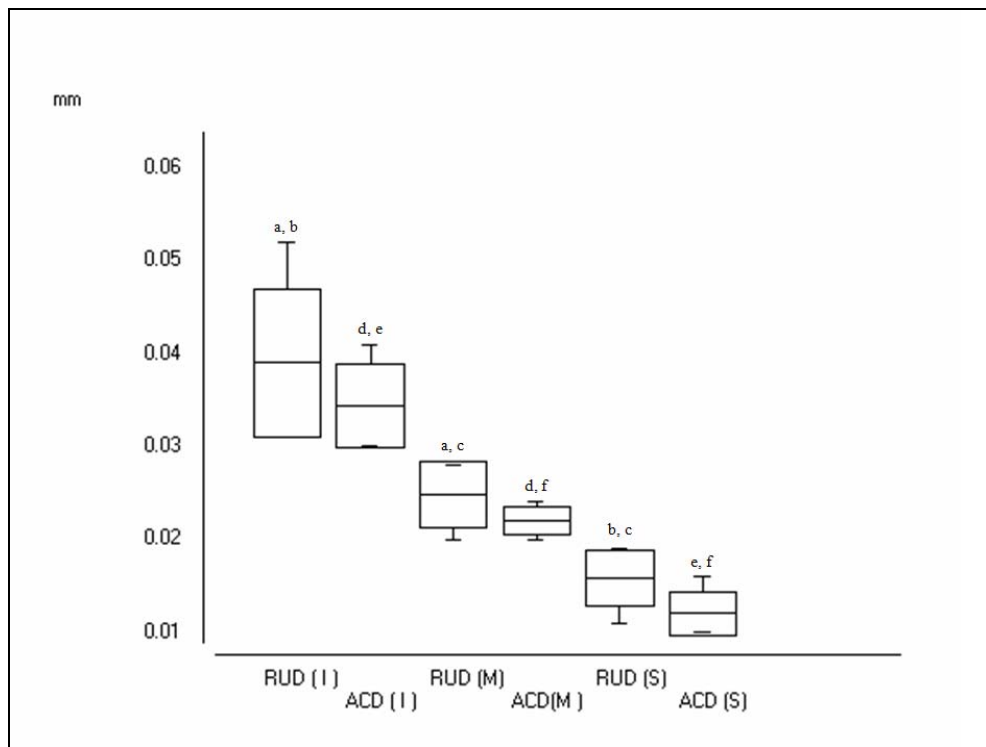


Fig. A.6 - Contração de polimerização em RUD e ACD, nos terços inferior (I), médio (M) e superior (S). Letras minúsculas indicam diferença entre os terços, num mesmo grupo.

Figura A.7

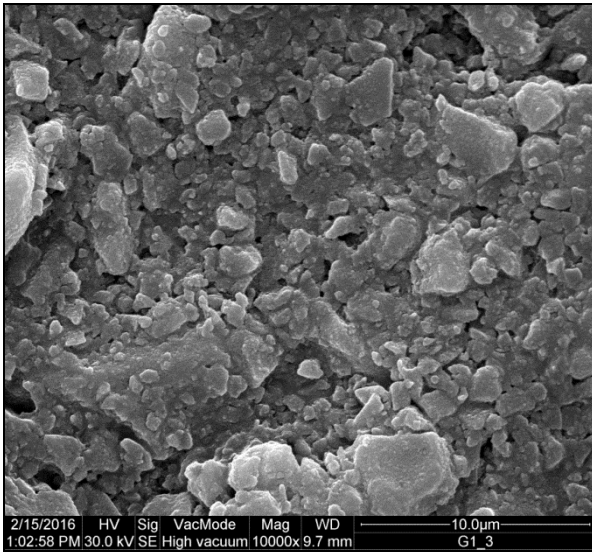


Fig.A.7 – A: Imagem em MEV representativa de RUQ.

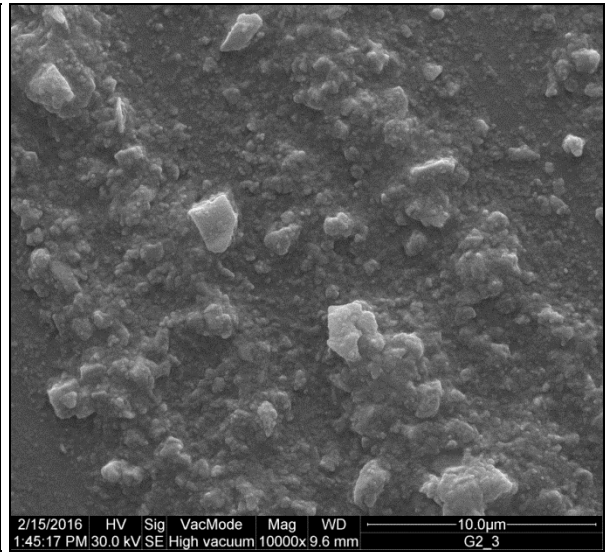


Fig.A.7 – B: Imagem em MEV representativa de RUD.

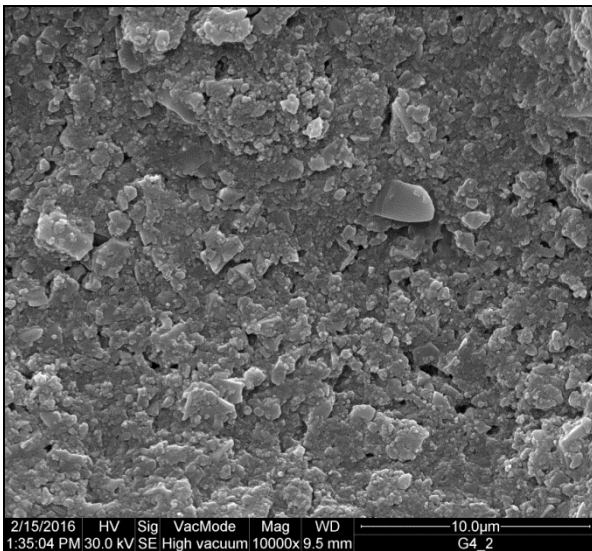


Fig.A.7 – C: Imagem em MEV representativa de ACQ.

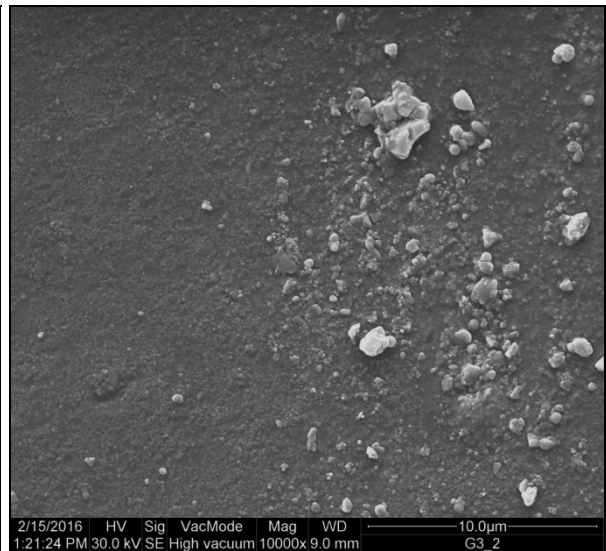


Fig.A.7 – D: Imagem em MEV representativa de ACD.

APÊNDICE B

Tabelas

Tabela B.1 - Informações dos cimentos resinosos avaliados.

Cimento	Fabricante (Lote)	Composição*	Cor
RelyX U200	3M ESPE, St. Paul (486266)	<p>Pasta Base: pó vidro tratado com silano, ácido 2-propenóico, 2-metil 1,1'-[1-(hydroxymetil) - 1,2-ethanodilyl] éster, dimetacrilato de trietileno glicol (TEGDMA), sílica tratada com silano, fibra de vidro, persulfato de sódio e per-3,5,5-trimetil-hexanoato t-butila.</p> <p>Pasta Catalisadora: pó de vidro tratado com silano, dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, p-toluenosulfonato de sódio, 1-benzil-5fenil-ácido bórico, sais de cálcio, 1,12-dodecano dimetacrilato, hidróxido de cálcio e dióxido de titânio.</p> <p>Conteúdo de carga em peso de 72%.</p>	A2
Allcem Core	Dentscare Ltda. Joinville – SC, Brasil (050815)	<p>Pasta Base: monômeros metacrilatos (TEGMA, BisEMA, BisGMA), canforoquinona, co-iniciadores, micropartículas de vidro de bário-alumino-silicatos, nanopartículas de dióxido de silício, pigmentos inorgânicos e conservantes.</p> <p>Pasta Catalisadora: monômeros metacrilatos, peróxido de benzoíla, estabilizantes e micropartículas de vidro de bário-alumino-silicato.</p> <p>Conteúdo de carga em peso de 62%.</p>	A2

*Fonte:

Cimento RelyX U200: http://solutions.3m.com.br/wps/portal/3M/pt_BR/3MESPE_LA/dental-professionals/.Cimento Allcem Core: <http://www.fgm.ind.br/>.**Tabela B.2 - Parâmetros utilizados para escaneamento das amostras.**

Parâmetro	Valor utilizado
Voltagem (kV)	100
Amperagem (µA)	100
Resolução (tamanho do pixel) (µm)	3,5
Rotação do eixo	180°
Passo de rotação	0,4rs ou 0.4°
Filtro	AlCu
Tempo de escaneamento	±50min

Parâmetros utilizados pelo aparelho de µCT SkyScan 1172 (Brucker BioSpin Corporation – Kontich, Bélgica)

Tabela B.3 - Análise para porosidade média em RUQ, RUD, ACQ e ACD, expressos por mediana e quartis 25% e 75%.

Grupo	n	Quartil 25%	Mediana	Quartil 75%
RUQ ^a	5	4,93	5,35	5,81
RUD ^b	5	5,09	5,17	5,27
ACQ	5	2,06	2,62	2,65
ACD ^{a, b}	5	1,99	2,32	2,51

Variáveis seguidas da mesma letra diferem estatisticamente ($P < 0,05$).

ANEXO

ANEXO A

Normas para publicação da revista Dental Materials.

ISBN: 9780323316378.

GUIDE FOR AUTHORS

Authors are requested to submit their original manuscript and figures via the online submission and editorial system for Dental Materials. Using this online system, authors may submit manuscripts and track their progress through the system to publication. Reviewers can download manuscripts and submit their opinions to the editor. Editors can manage the whole submission/review/revise/publish process. Please register at: <http://ees.elsevier.com/dema>.

Dental Materials now only accepts online submissions.

The Artwork Quality Control Tool is now available to users of the online submission system. To help authors submit high-quality artwork early in the process, this tool checks the submitted artwork and other file types against the artwork requirements outlined in the Artwork Instructions to Authors on <http://www.elsevier.com/artworkinstructions>. The Artwork Quality Control Tool automatically checks all artwork files when they are first uploaded. Each figure/file is checked only once, so further along in the process only new uploaded files will be checked.

Manuscripts

The journal is principally for publication of **Original Research Reports**, which should preferably investigate a defined hypothesis. Maximum length 6 journal pages (approximately 20 double-spaced typescript pages) including illustrations and tables.

Systematic Reviews will however be considered. Intending authors should communicate with the Editor beforehand, by email, outlining the proposed scope of the review. Maximum length 10 journal pages (approximately 33 double-spaced typescript pages) including figures and tables.

Three copies of the manuscript should be submitted: each accompanied by a set of illustrations. The requirements for submission are in accordance with the "Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals", *Annals of Internal Medicine*, 1997,126, 36-47. All manuscripts must be written in American English. Authors are urged to write as concisely as possible.

The Editor and Publisher reserve the right to make minimal literary corrections for the sake of clarity. Authors for whom English is not the first language should have their manuscripts read by colleagues fluent in English. If extensive English corrections are needed, authors may be charged for the cost of editing. For additional reference, consult issues of *Dental Materials* published after January 1999 or the Council of Biology Editors Style Manual (1995 ed.).

All manuscripts should be accompanied by a **letter of transmittal**, signed by each author, and stating that the manuscript is not concurrently under consideration for publication in another journal, that all of the named authors were involved in the work leading to the publication of the paper, and that all the named authors have read the paper before it is submitted for publication.

Always keep a backup copy of the electronic file for reference and safety.

Manuscripts not conforming to the journal style will be returned. In addition, manuscripts which are not written in fluent English will be rejected automatically without refereeing.

For further guidance on electronic submission, please contact Author Services, Log-In Department, Elsevier Ltd, The Boulevard, Langford Lane, Kidlington, Oxford, OX5 1GB, UK. E-mail: authors@elsevier.co.uk, fax: +44 (0)1865 843905, tel: +44 (0)1865 843900.

Page charges

This journal has no page charges.

BEFORE YOU BEGIN*Ethics in publishing*

For information on Ethics in publishing and Ethical guidelines for journal publication see <https://www.elsevier.com/publishingethics> and <https://www.elsevier.com/journal-authors/ethics>.

Human and animal rights

If the work involves the use of human subjects, the author should ensure that the work described has been carried out in accordance with The Code of Ethics of the World Medical Association (Declaration of Helsinki) for experiments involving

AUTHOR INFORMATION PACK 9 Feb 2016 www.elsevier.com/locate/dental 5

humans, <http://www.wma.net/en/30publications/10policies/b3/index.html>; Uniform Requirements for manuscripts submitted to Biomedical journals, <http://www.icmje.org>.

Authors should include a statement in the manuscript that informed consent was obtained for experimentation with human subjects. The privacy rights of human subjects must always be observed.

All animal experiments should be carried out in accordance with the U.K. Animals (Scientific Procedures) Act, 1986 and associated guidelines, [EU Directive 2010/63/EU for animal experiments](#), or the National Institutes of Health guide for the care and use of Laboratory animals (NIH Publications No. 8023, revised 1978) and the authors should clearly indicate in the manuscript that such guidelines have been followed. **All animal studies need to ensure they comply with the ARRIVE guidelines.** More information can be found at <http://www.nc3rs.org.uk/page.asp?id=1357>.

Conflict 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'. See also <https://www.elsevier.com/conflictsofinterest>. Further information and an example of a Conflict of Interest form can be found at: http://service.elsevier.com/app/answers/detail/a_id/286/supporthub/publishing.

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 <https://www.elsevier.com/sharingpolicy>), 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.

Authorship

All authors should have made substantial contributions to all of the following: (1) the conception and design of the study, or acquisition of data, or analysis and interpretation of data, (2) drafting the article or revising it critically for important intellectual content, (3) final approval of the version to be submitted.

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.

Article transfer service

This journal is part of our Article Transfer Service. This means that if the Editor feels your article is more suitable in one of our other participating journals, then you may be asked to consider transferring the article to one of those. If you agree, your article will be transferred automatically on your behalf with no need to reformat. Please note that your article will be reviewed again by the new journal. More information about this can be found here: <https://www.elsevier.com/authors/article-transfer-service>.

Copyright

Upon acceptance of an article, authors will be asked to complete a 'Journal Publishing Agreement' (for more information on this and copyright, see <https://www.elsevier.com/copyright>). 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 (please consult <https://www.elsevier.com/permissions>). 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: please consult <https://www.elsevier.com/permissions>.

For open access articles: Upon acceptance of an article, authors will be asked to complete an 'Exclusive License Agreement' (for more information see <https://www.elsevier.com/OAauthoragreement>). Permitted third party reuse of open access articles is determined by the author's choice of user license (see <https://www.elsevier.com/openaccesslicenses>).

Author rights

As an author you (or your employer or institution) have certain rights to reuse your work. For more information see <https://www.elsevier.com/copyright>.

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 authors may also be reimbursed for associated publication fees. To learn more about existing agreements please visit <https://www.elsevier.com/fundingbodies>.

Green open access

Authors can share their research in a variety of different ways and Elsevier has a number of green open access options available. We recommend authors see our green open access page for further information (<http://elsevier.com/greenopenaccess>). Authors can also self-archive their manuscripts immediately and enable public access from their institution's repository after an embargo period. This is the version that has been accepted for publication and which typically includes author-incorporated changes suggested during submission, peer review and in editor-author communications. Embargo period: For subscription articles, an appropriate amount of time is needed for journals to deliver value to subscribing customers before an article becomes freely available to the public. This is the embargo period and it begins from the date the article is formally published online in its final and fully citable form.

This journal has an embargo period of 12 months.

Language (usage and editing services)

Please write your text in good English (American or British usage is accepted, but not a mixture of these). 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*, <https://www.elsevier.com/patient-consent-policy>. 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://ees.elsevier.com/dema/>.

Referees

Please submit the names and institutional e-mail addresses of several potential referees. For more details, visit our [Support site](#). Note that the editor retains the sole right to decide whether or not the suggested reviewers are used.

PREPARATION

Use of word processing software

It is important that the file be saved in the native format of the word processor used. 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: <https://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://service.elsevier.com/app/answers/detail/a_id/302/c/10528/supporthub/publishing).

Article structure

Subdivision - numbered sections

Divide your article into clearly defined and numbered sections. Subsections should be numbered 1.1 (then 1.1.1, 1.1.2, ...), 1.2, etc. (the abstract is not included in section numbering). Use this numbering also for internal cross-referencing: do not just refer to 'the

text'. Any subsection may be given a brief heading. Each heading should appear on its own separate line.

Introduction

This must be presented in a structured format, covering the following subjects, although actual subheadings should not be included:

- succinct statements of the issue in question;
- the essence of existing knowledge and understanding pertinent to the issue (reference);
- the aims and objectives of the research being reported relating the research to dentistry, where not obvious.

Materials and methods

- describe the procedures and analytical techniques.
- only cite references to published methods.
- include at least general composition details and batch numbers for all materials.
- identify names and sources of all commercial products e.g.
"The composite (Silar, 3M Co., St. Paul, MN, USA)..."
"... an Au-Pd alloy (Estheticor Opal, Cendres et Metaux, Switzerland)."
- specify statistical significance test methods.

Results

- refer to appropriate tables and figures.
- refrain from subjective comments.
- make no reference to previous literature.
- report statistical findings.

Discussion

- explain and interpret data.
- state implications of the results, relate to composition.
- indicate limitations of findings.
- relate to other relevant research.

Conclusion (if included)

- must NOT repeat Results or Discussion
- must concisely state inference, significance, or consequences

Appendices

If there is more than one appendix, they should be identified as A, B, etc. Formulae and equations in appendices should be given separate numbering: Eq. (A.1), Eq. (A.2), etc.; in a subsequent appendix, Eq. (B.1) and so on. Similarly for tables and figures: Table A.1; Fig.A.1, etc.

Essential title page information

- **Title.** Concise and informative. Titles are often used in information-retrieval systems. Avoid abbreviations and formulae where possible.
- **Author names and affiliations.** Please clearly indicate the given name(s) and family name(s) of each author and check that all names are accurately spelled. Present the authors' affiliation addresses (where the actual work was done) below the names. Indicate all affiliations with a lowercase superscript letter immediately after the author's name and in front

of the appropriate address. Provide the full postal address of each affiliation, including the country name and, if available, the e-mail address of each author.

- **Corresponding author.** Clearly indicate who will handle correspondence at all stages of refereeing and publication, also post-publication. **Ensure that the e-mail address is given and that contact details are kept up to date by the corresponding author.**

- **Present/permanent address.** If an author has moved since the work described in the article was done, or was visiting at the time, a 'Present address' (or 'Permanent address') may be indicated as a footnote to that author's name. The address at which the author actually did the work must be retained as the main, affiliation address. Superscript Arabic numerals are used for such footnotes.

Abstract (structured format)

- 250 words or less.
- subheadings should appear in the text of the abstract as follows: Objectives, Methods, Results, Significance. (For Systematic Reviews: Objectives, Data, Sources, Study selection, Conclusions). The Results section may incorporate small tabulations of data, normally 3 rows maximum.

Graphical abstract

Although a graphical abstract is optional, its use is encouraged as it draws more attention to the online article. The graphical abstract should summarize the contents of the article in a concise, pictorial form designed to capture the attention of a wide readership. Graphical abstracts should be submitted as a separate file in the online submission system. Image size: Please provide an image with a minimum of 531 × 1328 pixels (h × w) or proportionally more. The image should be readable at a size of 5 × 13 cm using a regular screen resolution of 96 dpi. Preferred file types: TIFF, EPS, PDF or MS Office files. See <https://www.elsevier.com/graphicalabstracts> for examples.

Authors can make use of Elsevier's Illustration and Enhancement service to ensure the best presentation of their images and in accordance with all technical requirements: [Illustration Service](#).

Highlights

Highlights are mandatory for this journal. They consist of a short collection of bullet points that convey the core findings of the article and should be submitted in a separate editable file in the online submission system. Please use 'Highlights' in the file name and include 3 to 5 bullet points (maximum 85 characters, including spaces, per bullet point). See <https://www.elsevier.com/highlights> for examples.

Keywords

Up to 10 keywords should be supplied e.g. dental material, composite resin, adhesion.

Abbreviations

Define abbreviations that are not standard in this field in a footnote to be placed on the first page of the article. Such abbreviations that are unavoidable in the abstract must be defined at their first mention there, as well as in the footnote. Ensure consistency of abbreviations throughout the article.

Acknowledgements

Collate acknowledgements in a separate section at the end of the article before the references and do not, therefore, include them on the title page, as a footnote to the title or otherwise. List here those individuals who provided help during the research (e.g., providing language help, writing assistance or proof reading the article, etc.).

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 (http://support.elsevier.com/app/answers/detail/a_id/302/).

Footnotes

Footnotes should be used sparingly. Number them consecutively throughout the article. Many word processors can build footnotes into the text, and this feature may be used. Otherwise, please indicate the position of footnotes in the text and list the footnotes themselves separately at the end of the article. Do not include footnotes in the Reference list.

Artwork

Electronic artwork

General points

- Make sure you use uniform lettering and sizing of your original artwork.
- Embed the used fonts if the application provides that option.
- Aim to use the following fonts in your illustrations: Arial, Courier, Times New Roman, Symbol, or use fonts that look similar.
- Number the illustrations according to their sequence in the text.
- Use a logical naming convention for your artwork files.
- Provide captions to illustrations separately.
- 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:

<https://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):

EPS (or PDF): Vector drawings, embed all used fonts.

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 1000 dpi.

TIFF (or JPEG): Combinations bitmapped line/half-tone (color or grayscale), keep to a minimum of 500 dpi.

Please do not:

- Supply files that are optimized for screen use (e.g., GIF, BMP, PICT, WPG); these typically have a low number of pixels and limited set of colors;
- Supply files that are too low in resolution;
- 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), EPS (or PDF), or MS Office files) 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) regardless of whether or not these illustrations are reproduced in color in the printed version. **For color reproduction in print, you will receive information regarding the costs from Elsevier after receipt of your accepted article.** Please indicate your preference for color: in print or online only. For further information on the preparation of electronic artwork, please see <https://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 medicalstyle 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.

Captions to tables and figures

- list together on a separate page.
- should be complete and understandable apart from the text.
- include key for symbols or abbreviations used in Figures.
- individual teeth should be identified using the FDI two-digit system.

Tables

Please submit tables as editable text and not as images. Tables can be placed either next to the relevant text in the article, or on separate page(s) at the end. Number tables consecutively in accordance with their appearance in the text and place any table notes below the table body. Be sparing in the use of tables and ensure that the data presented in them do not duplicate results described elsewhere in the article. Please avoid using vertical rules.

References

References

Must now be given **according to the following numeric system:**

Cite references in text in numerical order. Use square brackets: in-line, not superscript e.g. [23]. All references must be listed at the end of the paper, double-spaced, without indents. For

example: 1. Moulin P, Picard B and Degrange M. Water resistance of resin-bonded joints with time related to alloy surface treatments. *J Dent*, 1999; 27:79-87. 2. Taylor DF, Bayne SC, Sturdevant JR and Wilder AD. Comparison of direct and indirect methods for analyzing wear of posterior composite restorations. *Dent Mater*, 1989; 5:157-160. Avoid referencing abstracts if possible. If unavoidable, reference as follows: 3. Demarest VA and Greener EH . Storage moduli and interaction parameters of experimental dental composites. *J Dent Res*, 1996; 67:221, Abstr. No. 868.

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 recommended in the reference list, but may be mentioned in the text. If these references are included in the reference list they should follow the standard reference style of the journal and should include a substitution of the publication date with either 'Unpublished results' or 'Personal communication'. 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.

Web references

As a minimum, the full URL should be given and the date when the reference was last accessed. Any information, if known (DOI, author names, dates, reference to a source publication, etc.), should also be given. Web references can be listed separately (e.g., after the reference list) under a different heading if desired, or can be included in the reference list.

References in a special issue

Please ensure that the words 'this issue' are added to any references in the list (and any citations in the text) to other articles in the same Special Issue.

Reference management software

Most Elsevier journals have their reference template available in many of the most popular reference management software products. These include all products that support Citation Style Language styles (<http://citationstyles.org>), such as Mendeley (<http://www.mendeley.com/features/reference-manager>) and Zotero (<https://www.zotero.org/>), as well as EndNote (<http://endnote.com/downloads/styles>). Using the word processor plug-ins from these products, authors only need to select the appropriate journal template when preparing their article, after which citations and bibliographies will be automatically formatted in the journal's style.

If no template is yet available for this journal, please follow the format of the sample references and citations as shown in this Guide.

Users of Mendeley Desktop can easily install the reference style for this journal by clicking the following link: <http://open.mendeley.com/use-citation-style/dental-materials>
When preparing your manuscript, you will then be able to select this style using the Mendeley plugins for Microsoft Word or LibreOffice.

Reference style

Text: Indicate references by number(s) in square brackets in line with the text. The actual authors can be referred to, but the reference number(s) must always be given.

Example: '..... as demonstrated [3,6]. Barnaby and Jones [8] obtained a different result'

List: Number the references (numbers in square brackets) in the list in the order in which they appear in the text.

Examples:

Reference to a journal publication:

[1] J. van der Geer, J.A.J. Hanraads, R.A. Lupton, The art of writing a scientific article, *J. Sci. Commun.* 163 (2010) 51–59.

Reference to a book:

[2] W. Strunk Jr., E.B. White, *The Elements of Style*, fourth ed., Longman, New York, 2000.

Reference to a chapter in an edited book:

[3] G.R. Mettam, L.B. Adams, How to prepare an electronic version of your article, in: B.S. Jones, R.Z. Smith (Eds.), *Introduction to the Electronic Age*, E-Publishing Inc., New York, 2009, pp. 281–304.

Reference to a website:

[4] Cancer Research UK, Cancer statistics reports for the UK. <http://www.cancerresearchuk.org/aboutcancer/statistics/cancerstatsreport/>, 2003 (accessed 13.03.03).

Journal abbreviations source

Journal names should be abbreviated according to the List of Title Word Abbreviations:

<http://www.issn.org/services/online-services/access-to-the-ltwa/>.

Video data

Elsevier accepts video material and animation sequences to support and enhance your scientific research. Authors who have video or animation files that they wish to submit with their article are strongly encouraged to include links to these within the body of the article. This can be done in the same way as a figure or table by referring to the video or animation content and noting in the body text where it should be placed. All submitted files should be properly labeled so that they directly relate to the video file's content. In order to ensure that your video or animation material is directly usable, please provide the files in one of our recommended file formats with a preferred maximum size of 150 MB. Video and animation files supplied will be published online in the electronic version of your article in Elsevier Web products, including ScienceDirect: <http://www.sciencedirect.com>. Please supply 'stills' with your files: you can choose any frame from the video or animation or make a separate image. These will be used instead of standard icons and will personalize the link to your video data. For more detailed instructions please visit our video instruction pages at <https://www.elsevier.com/artworkinstructions>. Note: since video and animation cannot be embedded in the print version of the journal, please provide text for both the electronic and the print version for the portions of the article that refer to this content.

AudioSlides

The journal encourages authors to create an AudioSlides presentation with their published article. AudioSlides are brief, webinar-style presentations that are shown next to the online

article on ScienceDirect. This gives authors the opportunity to summarize their research in their own words and to help readers understand what the paper is about. More information and examples are available at <https://www.elsevier.com/audioslides>. Authors of this journal will automatically receive an invitation e-mail to create an AudioSlides presentation after acceptance of their paper.

Supplementary material

Supplementary material can support and enhance your scientific research. Supplementary files offer the author additional possibilities to publish supporting applications, high-resolution images, background datasets, sound clips and more. Please note that such items are published online exactly as they are submitted; there is no typesetting involved (supplementary data supplied as an Excel file or as a PowerPoint slide will appear as such online). Please submit the material together with the article and supply a concise and descriptive caption for each file. If you wish to make any changes to supplementary data during any stage of the process, then please make sure to provide an updated file, and do not annotate any corrections on a previous version. Please also make sure to switch off the 'Track Changes' option in any Microsoft Office files as these will appear in the published supplementary file(s). For more detailed instructions please visit our artwork instruction pages at <https://www.elsevier.com/artworkinstructions>.

Submission checklist

The following list will be useful during the final checking of an article prior to sending it to the journal for review. Please consult this Guide for Authors for further details of any item.

Ensure that the following items are present:

One author has been designated as the corresponding author with contact details:

- E-mail address
- Full postal address

All necessary files have been uploaded, and contain:

- Keywords
- All figure captions
- All tables (including title, description, footnotes)

Further considerations

- Manuscript has been 'spell-checked' and 'grammar-checked'
- References are in the correct format for this journal
- All references mentioned in the Reference list are cited in the text, and vice versa
- Permission has been obtained for use of copyrighted material from other sources (including the Internet)

Printed version of figures (if applicable) in color or black-and-white

- Indicate clearly whether or not color or black-and-white in print is required.

For any further information please visit our customer support site at <http://support.elsevier.com>.

AFTER ACCEPTANCE

Use of the Digital Object Identifier

The Digital Object Identifier (DOI) may be used to cite and link to electronic documents. The DOI consists of a unique alpha-numeric character string which is assigned to a document by the publisher upon the initial electronic publication. The assigned DOI never changes. Therefore, it is an ideal medium for citing a document, particularly 'Articles in press' because they have not yet received their full bibliographic information. Example of a correctly given DOI (in URL format; here an article in the journal *Physics Letters B*):

<http://dx.doi.org/10.1016/j.physletb.2010.09.059>

When you use a DOI to create links to documents on the web, the DOIs are guaranteed never to change.

Online proof correction

Corresponding authors will receive an e-mail with a link to our online proofing system, allowing annotation and correction of proofs online. The environment is similar to MS Word: in addition to editing text, you can also comment on figures/tables and answer questions from the Copy Editor. Web-based proofing provides a faster and less error-prone process by allowing you to directly type your corrections, eliminating the potential introduction of errors. If preferred, you can still choose to annotate and upload your edits on the PDF version. All instructions for proofing will be given in the e-mail we send to authors, including alternative methods to the online version and PDF.

We will do everything possible to get your article published quickly and accurately. Please use this proof only for checking the typesetting, editing, completeness and correctness of the text, tables and figures. Significant changes to the article as accepted for publication will only be considered at this stage with permission from the Editor. It is important to ensure that all corrections are sent back to us in one communication. Please check carefully before replying, as inclusion of any subsequent corrections cannot be guaranteed. Proofreading is solely your responsibility.

Offprints

The corresponding author, at no cost, will be provided with 25 free paper offprints, or, alternatively, a personalized link providing 50 days free access to the final published version of the article on [ScienceDirect](#). This link can also be used for sharing via email and social networks. For an extra charge, more paper offprints can be ordered via the offprint order form which is sent once the article is accepted for publication. Both corresponding and co-authors may order offprints at any time via Elsevier's WebShop (<http://webshop.elsevier.com/myarticleservices/offprints>). Authors requiring printed copies of multiple articles may use Elsevier WebShop's 'Create Your Own Book' service to collate multiple articles within a single cover (<http://webshop.elsevier.com/myarticleservices/booklets>).

AUTHOR INQUIRIES

You can track your submitted article at <https://www.elsevier.com/track-submission>. You can track your accepted article at <https://www.elsevier.com/trackarticle>. You are also welcome to contact Customer Support via <http://support.elsevier.com>.