



UNIVERSIDADE
ESTADUAL DE LONDRINA

RAFAELA GHELLER

**PERFIL DE CONTRAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO E
POROSIDADE DE CIMENTOS RESINOSOS POR
MICROTOMOGRÁFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X:
UM ESTUDO *IN VITRO***

Londrina
2017

RAFAELA GHELLER

**PERFIL DE CONTRAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO E
POROSIDADE DE CIMENTOS RESINOSOS POR
MICROTOMOGRÁFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X:
UM ESTUDO *IN VITRO***

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 em Clínica Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Márcio Grama Hoepfner.

Londrina
2017

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)

G412p Gheller, Rafaela.

Perfil de contração de polimerização e porosidade de cimentos resinosos por microtomografia computadorizada de Raios X : um estudo in vitro / Rafaela Gheller. - Londrina, 2017.
55 f.: il.

Orientador: Marcio Grama Hoeppe.

Tese (Doutorado em Ciência Animal) - Universidade Estadual de Londrina, Centro de Ciências Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Ciência Animal, 2016.

Inclui bibliografia.

1. Cimentos de resina - Teses. 2. Polimerização - Teses. 3. Porosidade - Teses. 4. Materiais dentários Teses. I. Hoeppe, Marcio Grama. II. Universidade Estadual de Londrina. Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

CDU 616.314-089.27

RAFAELA GHELLER

**PERFIL DE CONTRAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO E POROSIDADE DE
CIMENTOS RESINOSOS POR MICROTOMOGRÁFIA
COMPUTADORIZADA DE RAIOS X: UM ESTUDO *IN VITRO***

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 em Clínica Odontológica.

BANCA EXAMINADORA

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

Prof. Dr. Edwin Fernando Ruiz Contreras
Universidade Estadual de Londrina - UEL

Prof. Dr. Bruno L. S. Vicentin
Universidade Estadual de Londrina - UEL

Londrina, 28 de março de 2017.

Dedico este trabalho a minha família, por nunca duvidarem da minha capacidade e da minha competência. Até mesmo quando eu mesma duvidava.

Também ao Professor Márcio Grama Hoepner, por acreditar em mim e me confiar a execução desse trabalho.

AGRADECIMENTOS

À Deus, por sempre guiar meus passos e minha vida, me abençoando diariamente de uma forma oculta e sábia.

À minha família, meu pai, Wilson. Minha mãe, Roneida. Meus irmãos, Sandro e Junior. Minhas cunhadas, Renata e Beatriz. E meu sobrinho, Arthur. Por serem a base de tudo, o sentido de tudo. Por sempre acreditarem em mim, em meu potencial, em minha capacidade. Se sou o que sou, sou por vocês. À minha tia e madrinha, Rose, por ser minha confidente, conselheira e intercessora, sempre me mostrando que com fé encontramos a saída para todos os nossos problemas. À minha avó, Maria do Carmo, por sempre carregar um orgulho enorme de mim e torcer mais do que qualquer pessoa pela minha felicidade.

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, por estarem sempre prontos a participar e ajudar em todo o meu processo de formação.

Ao meu orientador

Professor Dr. Márcio Grama Hoepfner, por toda exigência, bom humor e sabedoria em repassar seus conhecimentos, sua ajuda e seu saber.

À Professora Dr^a. Cássia Dezan Garbelini

Pela participação durante toda pesquisa, principalmente na análise estatística, sempre pronta a ajudar.

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

Pela colaboração direta no desenvolvimento deste trabalho.

A Professora Dr^a. Luciana Inagaki

Pela valiosa contribuição para a redação final 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 pós-graduação

Carolina, Mayara, Rodrigo, Suéllen e Tiago, pela importante convivência. Em especial à Adrieli Burey, companheira de graduação e então de mestrado, a quem posso dizer que foi uma honra dar continuidade ao trabalho que desenvolveu com tanta dedicação e amor. À Roberta Gava por todo companheirismo, presença e ajuda ao longo desses dois anos, e principalmente pela amizade e cumplicidade que criamos. Aos amigos João Besegato e Briena Andrade, por compartilharem momentos importantes de minha vida nesses anos de mestrado.

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, além de sempre estar disposto a colaborar com a elaboração desse trabalho. À amiga Aline Menck, a qual desde o início de tudo me apoia incondicionalmente e por ser sempre essa amiga presente, mesmo que longe geograficamente.

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 sempre por mim.

Muito Obrigada!

“O que prevemos raramente ocorre; o que menos esperamos geralmente acontece.”

Benjamin Disraeli

GHELLER, Rafaela. **Perfil de contração de polimerização e porosidade de cimentos resinosos por microtomografia computadorizada de raios X: um estudo *in vitro***. 2017. 55 f. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina. 2017.

RESUMO

Neste estudo foi analisado o perfil de contração de polimerização resultante de diferentes métodos de iniciação (químico e dual) da reação de polimerização e o perfil de porosidade de cimentos resinosos. Foram avaliados 2 cimentos, o RelyX U200 (3M ESPE) e o Allcem Core (FGM), (RU e AC respectivamente) divididos em 4 grupos ($n=5$), de acordo com o modo de polimerização (químico ou dual): RUQ – Cimento RU ativação química, RUD – Cimento RU ativação dual, ACQ – Cimento AC ativação química e ACD – Cimento AC ativação dual. Matrizes cilíndricas em teflon 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. No RUD e ACD, a ativação física dos cimentos foi feita com um aparelho de fotoativação de diodo emissor de luz (LED), com potência de $1000\text{mW}/\text{cm}^2$, durante 40 segundos. Depois disso, foi feita a análise por microtomografia computadorizada de raio X (μCT) 5 minutos após a mistura dos cimentos. As amostras foram divididas em terços inferior (I), médio (M) e superior (S), para observação do perfil de contração de polimerização. A normalidade dos dados foi avaliada com o teste de Shapiro-Wilk ($P=0,000$). Como os resultados obtidos não apresentavam distribuição normal empregou-se o teste de Mann-Whitney U ($P=0,000$), para medidas independentes. O teste de Friedmann ($P=0,000$) e o teste de Wilcoxon ($P=0,000$) foram usados para variáveis dependentes. O coeficiente de correlação de Spearman foi empregado para as análises de correlação. Não foi possível realizar leituras em RUQ e ACQ. RUD apresentou menor contração de polimerização em relação à ACD. Os terços S e I apresentaram menor e maior valores de contração de polimerização respectivamente, em ambos os cimentos. RUD mostrou maior valor de porcentagem de área com porosidade em relação à ACD. Em ACD não houve diferença significativa de porosidade entre os terços. Em RUD, os terços I e S apresentaram menor e maior valor de porosidade respectivamente. Diante dos resultados obtidos conclui-se que o cimento resinoso RU mostrou menor contração de polimerização e maior presença de porosidade do que AC.

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

GHELLER, Rafaela. **Profile of polymerization and porosity of resin cements by computerized x-ray microtomography: an *in vitro* study.** 2017. 55 p. Dissertation (Master's degree in Dentistry) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina. 2017.

ABSTRACT

In this study the polymerization contraction profile resulting from different initiation methods (chemical and dual) of the polymerization reaction and the porosity profile of resin cements were analyzed. Two cements, RelyX U200 (3M ESPE) and Allcem Core (FGM), (RU and AC respectively) divided into 4 groups (n = 5) were evaluated according to the polymerization mode (chemical or dual): RUQ - Cement RU chemical activation, RUD - Cement RU dual activation, ACQ - Cement AC chemical activation and ACD - Cement AC dual activation. Cylindrical matrices in teflon with 6mm external diameter, 4mm inner diameter, 4mm internal height and 5cm total external height were made and the samples obtained individually, according to the sequence of the randomization of the experiment. In RUD and ACD, the physical activation of the cements was done with a light emitting diode (LED), with a power of 1000mW / cm², for 40 seconds. Thereafter, X-ray computed microtomography (μ CT) analysis was performed 5 minutes after mixing the cements. The samples were divided into lower (I), medium (M) and upper (S) thirds, to observe the polymerization contraction profile. The normality of the data was evaluated with the Shapiro-Wilk test (P = 0.000). As the results obtained did not show a normal distribution, the Mann-Whitney U test (P = 0.000) was used for independent measurements. The Friedman test (P = 0.000) and the Wilcoxon test (P = 0.000) were used for dependent variables. The Spearman correlation coefficient was used for the correlation analyzes. Unable to perform readings in RUQ and ACQ. RUD presented lower polymerization contraction in relation to ACD. The thirds S and I presented lower and higher values of polymerization contraction, respectively, in both cements. RUD showed greater percentage value of area with porosity in relation to ACD. In ACD there was no significant difference in porosity between the thirds. In RUD, the I and S thirds presented lower and higher porosity values, respectively. In view of the obtained results, it was concluded that the resin cement RU showed lower polymerization contraction and a higher presence of porosity than AC.

Keywords: Resin Cements. Polymerization. Porosity. X-Ray Microtomography.

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	10
2.	MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X	13
2.1.	FUNDAMENTOS FÍSICOS DO μ CT	13
2.1.1.	Aquisição	15
2.1.2.	Pré-processamento	16
2.1.3.	Processamento.....	18
3.	REFERÊNCIAS	19
4.	DISSERTAÇÃO REFERENTE À LINHA DE PESQUISA DO ESTUDO: Avaliação das propriedades microestruturais de cimentos resinosos por microtomografia computadorizada	24
5.	ARTIGO: Perfil de contração de polimerização e porosidade de cimentos resinosos por microtomografia computadorizada de raios X: um estudo in vitro	25
ANEXO:	Instruções aos autores para publicação da revista Journal of Applied Oral Science	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 quando se comparado às restaurações diretas (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. Essas propriedades são necessárias e essenciais levando em consideração as indicações clínicas desse material, como por exemplo, cimentação de pinos intrarradiculares e fragmentos cerâmicos. A matriz orgânica do material resinoso contém monômeros e oligômeros dimetacrilatos. Moléculas com alto peso molecular tais como BisGMA (Bisfenol-A Glicidil Metacrilato), UDMA (Uretano Dimetacrilato) e BisEMA (BisGMA etoxilado), são combinadas com moléculas de menor peso molecular e baixa viscosidade, geralmente derivadas do DEGMA (Etilenoglicol Dimetacrilato) e TEGDMA (Trietilenol 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 gerados a partir da ativação e degradação de um iniciador. Assim, referenciando a forma como ocorre a ativação, os cimentos resinosos podem ser classificados em: autopolimerizáveis (cura química); fotoativados (cura física, por luz visível), e 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; VICENTIN et al., 2016).

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). Outra característica pertinente dos materiais resinosos é também a formação de porosidades no interior de sua massa (CONDON; FERRACANE, 2002; FEILZER; DE GEE; DAVIDSON, 1988; MALKOÇ et al., 2015). A presença de porosidade no interior da massa do cimento pode ser decorrente: 1) de zona não corretamente polimerizada, podendo resultar em uma alta solubilidade e microinfiltração da interface da restauração (MALKOÇ et al., 2015; OYSAED; RUYTER, 1986); 2) da técnica de manipulação do material, uma vez que sempre que dois materiais são misturados, seja pó e líquido ou sistema pasta-pasta, bolhas de ar podem ser 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 da massa pode reduzir cerca de 50% da dureza do material (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, reduz a longevidade das restaurações indiretas (FLEMING; ADDISON, 2009; MALKOÇ et al., 2015). Assim, 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).

Em se tratando dos cimentos com cura física (luz) também há a influência da potência e do comprimento de onda da luz emitida pelo aparelho de fotoativação (ASMUSSEM; PEUTZFELDT, 2005; RODE et al., 2007), do intervalo de tempo, da profundidade de polimerização 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). O seccionamento, embora efetivo, destrói a amostra e torna impossível o uso em testes adicionais. Com o advento de técnicas por imagens (tomografia), o interior 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 por microtomografia computadorizada de raios X (μ CT).

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.

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 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).

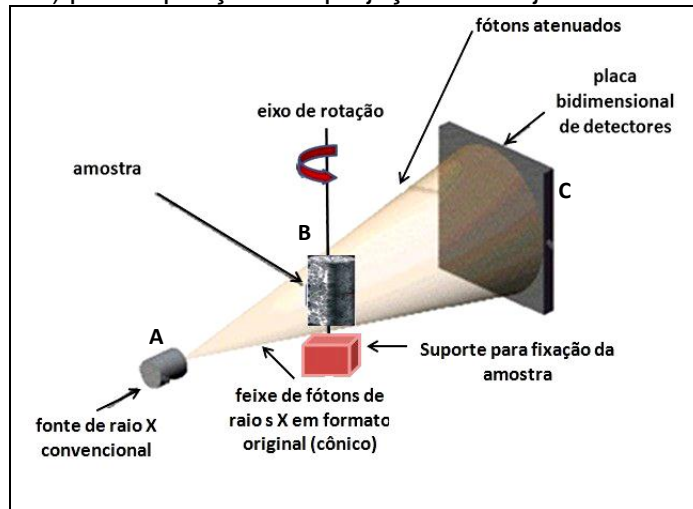
2.1. FUNDAMENTOS FÍSICOS DO μ CT

A μ CT é uma metodologia 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) onde são mapeados parâmetros físicos de cada região interna do objeto. A apresentação das análises é dada em imagens bidimensionais que podem ser compostas de modo a obter objetos virtuais 3D, por meio de algoritmos computacionais (FERNANDES, 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).

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

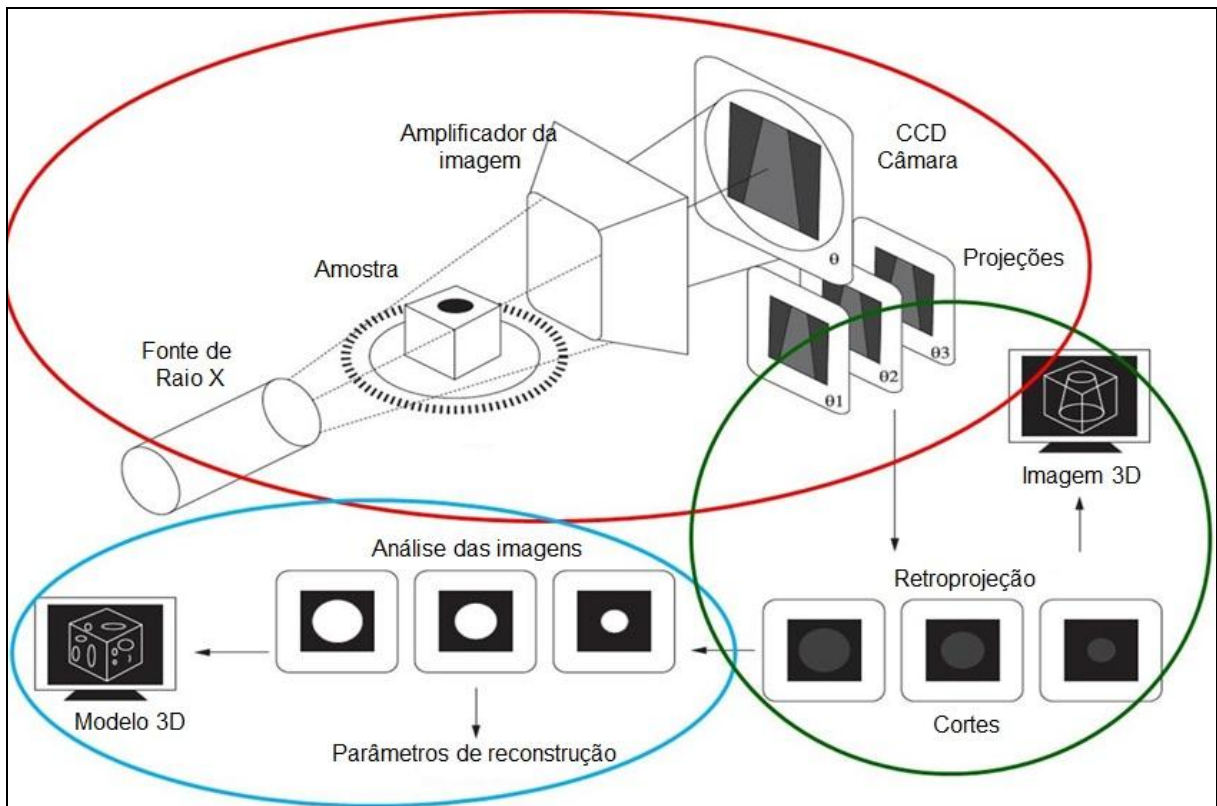


Fonte: ALVES, 2012.

O procedimento para obtenção das imagens tomográficas (Figura 2) 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)
- (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 a 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 desenharam 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 serão exibidas na tela

do computador. A imagem bidimensional (fatias das secções transversais) que se apresenta na tela do computador, corresponde a uma matriz dos valores de atenuação do feixe, visualmente apresentada em valores variando de 0 a 255 níveis de cinza, 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 esse 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).

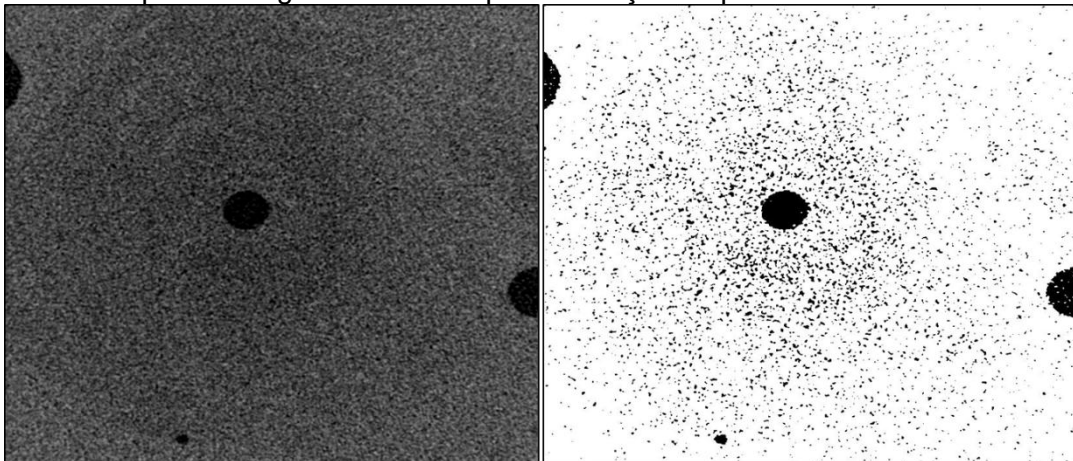
Duas categorias principais estão envolvidas nas técnicas de pré-processamento: métodos que operam no domínio espacial (filtros por convolução) e métodos que operam no domínio da frequência da imagem (análise de Fourier). A primeira baseia-se em filtros que manipulam o plano da imagem e a segunda, os 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*, como demonstrado na 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).

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 conseguir informações numéricas, realiza-se a extração de propriedades da imagem (PASSONI, 2013).

3. 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**, Whashington 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. **J. dent. res.** Washington, 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.** Hoboken, 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.** Washington, 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.** Washington, 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.** Washington, v. 24, n. 9, p. 1164-1168, sep. 2008.
- CAMPS, J. et al. Factors influencing pulpal response to cavity restorations. **Dent Mater.** Washington, 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.** Seattle, v. 21, n. 1, p. 17-24, jan-feb. 1996.
- CONDON, J.R.; FERRACANE, J. L. Reduced polymerization stress though non-bonded nanofillerparticles. **Biomaterials.** Guildford, 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**. St. Louis, 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**. Washington, 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**. St. Louis, 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**. Washington, 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**. Washington, v. 9, n. 1, p. 2-5, jan. 1993.

FERNANDES, P.G. **Aplicação da microtomografia computadorizada para a análise morfométrica 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.**, London, 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.**, Boston, 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**. Guildford, 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**. Washington, 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**. London, v. 42; n. 3, p. 145-149, jun. 1992.

JUNG, M.; LOMMEL D.; KLIMEK, J. The imaging of root canal obturation using micro-CT. **Int. Endod. J**. Oxford, 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**. Sydney, 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**. Washington, 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**. Philadelphia, v. 24, n. 7, p. 553-561, jan. 2015.

MANNOCCHI, F. et al. The isthmuses of the mesial root of mandibular molars: a micro-computed tomographic study. **Int Endod J**. Oxford, 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**. Oxford, 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**. Oxford, 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. **J. Dent.**. Guildford, 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.** Washington, 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.** Berlin, 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.** Washington, 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.** Chicago, 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.** San Antonio, 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.** Seattle, v. 32, n. 6, p. 571-578, nov-dec. 2007.

RUEGGEBERG, F A.; CAUGHMAN, W.F. The influence of ligh exposure on polymerization of dual-cure resin cements. **Oper Dent.** Seattle, 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.** 13^a 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.** New Malden, 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.** Guildford, 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. CRC Press, Taylor & Francis Group. 2008,v.5. p. 85-108.

SUN, J.; LIN-GIBSON, S. X-ray microcomputed tomography for measuring polymerization shrinkage of polymeric dental composites. **Dent Mater.** Gaithersburg. 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. 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.

VICENTIN, B.L.S. et al. Identification of free radicals generated by different curing modes in a dental resin cement. *Applied Magnetic Resonance.* [S.l.] v. 47, n. 9, p. 1003-14, sep. 2016.

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

4. DISSERTAÇÃO REFERENTE À LINHA DE PESQUISA DO ESTUDO

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.

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

Londrina

2016

5. ARTIGO

Artigo formatado de acordo com as normas para publicação da revista Journal of Applied Oral Science (Anexo).

ISSN: 1678-7765 (versão online)

ISSN: 1678-7757 (versão impressa)

Perfil de contração de polimerização e porosidade de cimentos resinosos por microtomografia computadorizada de raios X: estudo in vitro.

Profile of polymerization contraction and porosity of resin cements by computerized X-ray microtomography: in vitro study.

Rafaela Gheller

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

Professora M.^a Adrieli Burey

Professora da Universidade Paranaense – UNIPAR. Francisco Beltrão, Paraná, Brasil. e-mail: aburey@hotmail.com

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

Endereço para correspondência:

Rafaela Gheller

Universidade Estadual de Londrina – UEL. Pós-Graduação em Odontologia – Mestrado. Rua Pernambuco, n. 540. Bairro Centro. Londrina-PR. CEP 86.020-120.

RESUMO

Objetivo

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

Material e métodos

Foram avaliados o cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 (RU) e cimento resinosos convencional Allcem Core (AC), divididos em 4 grupos (n=5), de acordo com o modo de polimerização: RUQ (RU – Polimerização Química), RUD (RU – Polimerização Dual), ACQ (AC – Polimerização Química), ACD (AC – Polimerização Dual). Matrizes cilíndricas em teflon com 6mm de diâmetro externo, 4mm de diâmetro interno, 4mm de altura interna e 5cm de altura externa total foram utilizadas para a obtenção das amostras, de acordo com a sequência da aleatorização do experimento. A análise em microtomografia de raios X (μ CT) foi realizada 5 minutos após a automistura nos grupos RUQ e ACQ e após a automistura e fotoativação em RUD e ACD. Para avaliação do perfil de contração de polimerização e porosidade dos cimentos, as amostras foram divididas em três terços: inferior (I), médio (M) e superior (S),

Resultados

RUD apresentou menor contração de polimerização quando comparado à ACD. A contração de polimerização foi maior no terço I das amostras e menor no terço S, para ambos os cimentos. RUD mostrou maior valor de porcentagem de área com porosidade em relação à ACD. Em ACD não houve diferença significativa de porosidade entre os terços. Em RUD, os terços I e S apresentaram menor e maior valor de porosidade respectivamente.

Conclusão

Considerando a metodologia aplicada e diante dos resultados obtidos conclui-se que o cimento resinoso RU mostrou menor contração de polimerização e maior presença de porosidade do que AC.

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

INTRODUÇÃO

A adesão aos tecidos dentários mineralizados e aos diferentes materiais restauradores, resistência ao desgaste, fluidez, menor solubilidade aos fluidos bucais e qualidade estética justificam a escolha dos cimentos resinosos para a cimentação de restaurações indiretas confeccionadas com resina composta ou cerâmica, e cimentação de pinos intraradiculares, como os pinos pré-fabricados de fibra de vidro e fibra de carbono¹⁶.

Por ser um compósito monomérico, a polimerização dos cimentos resinosos pode ser química, física ou dual (dupla polimerização). A polimerização química ocorre por meio da reação redox, a partir da degradação de um iniciador. Enquanto que na polimerização física a reação é iniciada pela formação de radicais livres liberados pela ativação de um fotoiniciador^{21,28}. A associação do processo de polimerização químico e dual, por meio da luz visível, garante ao cimento uma polimerização mais efetiva, melhora das propriedades físicas e mecânicas, diversificação das indicações clínicas e maior longevidade do tratamento¹⁷.

Independentemente do método de polimerização, uma característica inerente aos cimentos resinosos é a contração de polimerização. Dependendo da magnitude com que ocorre, a contração pode gerar tensões na interface adesiva dente-restauração, falha coesiva do cimento e/ou da estrutura dentária^{3,4,8,13,33}. A contração de polimerização também pode resultar no aumento da porosidade interna do cimento^{7,21}, fator que pode prejudicar as propriedades mecânicas do material^{10,14} e, conseqüentemente, o prognóstico do tratamento restaurador^{10,21}.

A avaliação da contração de polimerização dos materiais resinosos normalmente é realizada com o preparo e a secção das amostras para, posteriormente, tomada das imagens dessas secções²⁷. Métodos adicionais, como o uso de corantes também são empregados⁶. No entanto, essas técnicas destroem as amostras, o que inviabiliza a utilização das mesmas em testes adicionais⁶. Diferentemente, a microtomografia de raios X (μ CT) possibilita averiguar os efeitos da contração de polimerização por meio da reconstrução de secções transversais de amostras de forma não destrutiva, o que proporciona a realização de análises posteriores³¹. Esse aspecto faz com que essa técnica seja um meio admissível para a investigação de muitos aspectos observados na área da odontologia.

Com base em duas hipóteses, o presente estudo *in vitro* tem por objetivo avaliar o perfil de contração de polimerização e o perfil de porosidade de dois cimentos

resinosos indicados para procedimentos restauradores adesivos indiretos. Foram testadas as hipóteses: (I) a composição influencia o perfil de contração de polimerização e de porosidade dos cimentos resinosos; e (II) a luz interfere no perfil de contração de polimerização e de porosidade dos cimentos resinosos.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

Foi avaliado o cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 (RU - 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) e o convencional Allcem Core (AC - FGM, Joinville, SC, Brasil), ambos de dupla polimerização (Figura 1). Esses materiais foram selecionados devido à diversificação de indicações clínicas e facilidade de aquisição. Além da cimentação de restaurações indiretas, o AC ainda pode ser utilizado para a restauração da parte coronária (munhão ou núcleo de preenchimento) em dentes com ou sem vitalidade do tecido pulpar, previamente ao reparo protético coronário.

Método

Delineamento experimental

As amostras foram divididas em 4 grupos experimentais (n=5) tendo como fatores de estudo os cimentos resinosos (RU e 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). A variável de resposta quantitativa foi o perfil de contração de polimerização e o perfil de porosidade.

Obtenção das matrizes para análise no micro-CT e aleatorização do experimento

Em 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 (Figura 2). 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. Também pelo fato do teflon de ser um material inerte, sem interação adesiva com os cimentos avaliados.

Obtidas as matrizes, as mesmas foram aleatorizadas nos grupo (5 matrizes por grupo). Na sequência, para evitar vieses de alocação, também foi aleatorizada a amostra representativa de cada grupo para compor as rodadas de confecção e leitura no μ CT.

Obtenção das amostras

Os cimentos foram manipulados de acordo com as recomendações do fabricante e inseridos no interior da matriz com uma 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 atmosférico⁹. Foi aguardado o tempo de 5 minutos para a cura química dos cimentos. Após, no grupo RUD e ACD, o cimento foi fotoativado com um aparelho de fotoativação 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 durante 40 segundos.

Aquisição e reconstrução de imagens por micro-CT

Decorrido o tempo para a cura química em RUQ e ACQ e 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. Cada amostra foi escaneada 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 Figura 3. Foram analisados volumes com aproximadamente 25mm³ por amostra, em cada volume foi possível obter 1000 cortes transversais para a determinação do perfil de contração de polimerização.

As imagens em forma de projeções, que se apresentaram como cortes verticais adquiridos pela rotação da amostra dentro do μ CT ao longo do seu próprio eixo (Figura 4), foram posteriormente reconstruídas em cortes transversais por meio de um software especializado (NRecon versão 1.6.4.7, Skycan, Kontich, Bélgica), fornecendo imagens em 2D (*slices*) da estrutura interna da amostra (Figura 5 A a D).

Em seguida, para determinar a região de interesse (*regions of interest - ROI*), estas imagens transversais foram carregadas e analisadas pelo software CTAnaliser (Skyscan) e também no software ImageJ-Hybrid Median Filter para passar pelo

processo de binarização²² no intuito de separar sólido (cimento) de poro, estabelecendo-se um limiar de contraste para todas as amostras.

Análise do perfil de contração de polimerização

Depois de reconstruídos e selecionados, os *slices* foram carregados no CTAn software (Skyscan) para análise do perfil de contração de polimerização. Nas imagens de secção transversal foi mensurado o espaço visualizado entre a massa do cimento e a parede interna da matriz. A contração foi mensurada em oito pontos, todos passando no mesmo eixo, sobre as imagens reconstruídas de secção transversal (Figura 6).

Previamente, as imagens em forma de projeções, que se apresentam como cortes verticais foram divididas em três terços: inferior (I), médio (M) e superior (S). Foram ignorados 0,5mm no topo e 0,5mm na base da matriz por conta do formato côncavo que ela apresentava. Para cada terço foram analisados 10 *slices* no intervalo de 0,5-1,4mm para o terço I, 1,5-2,4mm para o terço M e 2,5-3,4mm para o terço S (Figura 7). Foram feitas o total de 2.400 medidas que foram tabeladas para análise estatística.

Análise do perfil de porosidade

O perfil de porosidade foi avaliado nos mesmos *slices* selecionados para avaliação do perfil de contração de polimerização, com o software ImageJ - Hybrid Median Filter, por meio do processo de binarização. Para tanto, foi estabelecido um limiar de contraste através de diferentes tons de cinza e, assim, foi possível distinguir o poro da massa do cimento (Figura 8). Foi observado um valor em porcentagem de área do cimento com presença de porosidade por *slice*. Todos os valores dos *slices* foram tabelados para análise estatística.

Análise estatística

A fim de verificar a homocedasticidade dos dados na comparação entre os grupos e, dentro de um mesmo grupo, nos diferentes terços, aplicou-se o teste de Shapiro-Wilk. Como os resultados obtidos não apresentavam distribuição normal, para comparar as variáveis nos diferentes grupos, empregou-se o teste de Mann-Whitney U para medidas independentes e o teste de Wilcoxon para medidas dependentes. Para comparar as variáveis dentro do mesmo grupo e nos diferentes terços da amostra empregou-se o teste de Friedman para variáveis dependentes. O coeficiente de correlação de Spearman foi usado para verificar a correlação entre a distância da fonte

de luz e a contração de polimerização, e também, a correlação entre a porcentagem de área com porosidade e a distância da fonte de luz. Os dados estão apresentados em medianas (*M*) e intervalo interquartilício (IQ)

Todas as análises foram realizadas no programa SPSS versão 19.0 e considerando-se o nível de significância de 5%.

RESULTADOS

Em RUQ e ACQ não foi possível mensurar a contração de polimerização na resolução em que foi usado o micro-CT. ACD (*M* = 0,025mm; IQ = 0,013mm) apresentou contração de polimerização significativamente maior que RUD (*M* = 0,023mm; IQ = 0,015mm) (Figura 9). Considerando os resultados observados de RUQ e ACQ para o perfil de contração de polimerização, os mesmos foram desconsiderados para análise do perfil de porosidade.

Foram detectadas diferenças estatisticamente significantes entre os diferentes terços, tanto em RUD (*P* = 0,000) quanto em ACD (*P* = 0,000), conforme apresentado na Tabela 1. Em ambos os grupos, a maior e menor contração de polimerização foram detectadas, respectivamente, nos terços I e S. Os terços M e S de ACD apresentaram contração significativamente maior que RUD.

O coeficiente de correlação de Spearman indicou correlação estatisticamente significativa entre a distância da luz e a contração de polimerização inicial (Figura 10). RUD apresentou forte correlação (74%) e ACD apresentou moderada correlação (63%), entre a distância da fonte de luz e a contração de polimerização.

Quando analisada a porcentagem de área com porosidade, foi observada diferença estatisticamente significativa entre RUD (*P* = 0,000) e ACD (*P* = 0,000). RUD teve maior valor comparado à ACD (Figura 11). RUD (*M* = 4,30%) teve maior valor comparado à ACD (*M* = 2,19%).

Não foram detectadas diferenças estatisticamente significantes quando comparados os terços em ACD (*P* = 0,000). Já em RUD, os terço S e I apresentaram maior e menor valor de porcentagem de área com porosidade respectivamente (Tabela 2).

O coeficiente de correlação de Spearman indicou também correlação estatisticamente significativa entre a distância da luz e a porcentagem de área com presença de porosidade (Figura 12). RUD apresentou coeficiente de correlação

moderado (58%), enquanto ACD apresentou fraca correlação (16%) entre a distância da fonte de luz e a porcentagem de área com porosidade.

DISCUSSÃO

No presente estudo, em RUQ e ACQ não foi possível detectar deslocamento entre a massa de cimento e as paredes internas da matriz. Assim, estabeleceu-se que a contração de polimerização não foi significativa para quantificação e análise. Entretanto, em RUD e ACD foi observado aumento gradativo da interface cimento e matriz, do terço S para o I da matriz de teflon.

O tempo de cura entre a automistura das pastas para a obtenção da massa de cimento e a análise no μ CT pode justificar a não mensuração da contração de polimerização para RUQ e ACQ. A reação de polimerização dos cimentos de ativação química é mais lenta, a cadeia polimérica é mais longa e linear, o material consome mais tempo para alcançar rigidez (vitrificação), o número de radicais livres formados e o grau de conversão são menores. Também há menos tensão no interior da massa de cimento e a fase viscosa prolongada permite o rearranjo das moléculas e a dissipação das tensões geradas pela contração do cimento^{3,29}. Por sua vez, foi possível avaliar o perfil de contração nas amostras fotoativadas de RU e AC, sendo que ACD apresentou contração de polimerização significativamente maior que RUD.

Nos compósitos odontológicos à base de metacrilato, além do método de iniciação da polimerização, a magnitude da contração de polimerização dos cimentos avaliados também depende da composição do material e é resultante da interação entre quantidade, tipo e tamanho da carga, composição da matriz resinosa e dos iniciadores e inibidores da reação de polimerização^{2,18,20,26,30}. De acordo com os fabricantes, no cimento RU o conteúdo de partículas de carga é de 72%, em peso, enquanto no cimento AC é de 62%, em peso. A diferença no conteúdo de partículas de carga entre RU e AC ratifica a afirmação de que o aumento da quantidade de partículas de carga reduz a contração de polimerização^{2,15,19,34}.

Em relação à composição monomérica, AC contém BisGMA (metacrilato de glicidila bisfenol A), BisEMA (metacrilato etoxilado de bisfenol A) e TEGDMA (dimetacrilato de trietilenoglicol), enquanto RU contém apenas TEGDMA (Figura 1). O BisGMA apresenta alta viscosidade, fato que torna necessário o acréscimo de monómeros diluentes de baixo peso molecular, como o TEGDMA ou BisEMA, para a incorporação de partículas de carga, inibidores e iniciadores da cura do cimento¹¹.

Comparativamente ao BisEMA, o TEGDMA aumenta o grau de conversão do compósito e, conseqüentemente, há o aumento da contração de polimerização¹¹. Entretanto, a menor contração evidenciada em RUD pode ser atribuída a maior quantidade de partículas de carga inorgânicas incorporadas no RU.

O aumento da concentração de iniciadores (canforoquinona) e co-iniciadores (aminas) gera maior quantidade de radicais livres disponíveis para dar início à reação de polimerização, enquanto que o aumento da concentração de inibidores reduz a quantidade final de macroradicaís disponíveis para a etapa de propagação, tornando a reação mais lenta. Entretanto, a carência de informações apresentadas pelos fabricantes em relação à presença de iniciadores e inibidores da cura química e física, de monômeros resinosos e das características morfológicas das partículas de carga inorgânica são fatores limitantes da interpretação do comportamento^{17,26} de RU e AC em relação à composição.

Na reação de polimerização iniciada pela ação da luz, a taxa de conversão de monômeros em polímero reduz com aumento da distância em relação à superfície irradiada²⁵. Em RUD e ACD a contração de polimerização foi diferente entre os terços (Tabela 1). No terço S, a aproximação em relação ao aparelho fotoativador e, por consequência, a maior intensidade de luz, acelerou a vitrificação da matriz polimérica restringindo a mobilidade dos macroradicaís, formando, assim, cadeias poliméricas mais curtas e de menor peso molecular³⁵. O que pode justificar a menor contração de polimerização no referido terço, em RUD e ACD. Diferentemente, no terço I, com o aumento da distância em relação ao aparelho fotoativador e diminuição a intensidade da luz propagada, a reação de polimerização foi mais lenta, permitindo maior mobilidade dos macroradicaís formados. Isso possibilitou a organização de macromoléculas, oriundas da polimerização, em direção à luz e o aumento da contração no terço I, em RUD e ACD, na mesma intensidade¹⁴.

No terço M e S, embora RUD tenha contraído menos do que ACD, a distância da luz influenciou de forma mais significativa no perfil da contração de RUD do que de ACD (Figura 10). Em ACD, a contração pode ter ocorrido de forma mais intensa do que RUD devido à composição do material e não decorrente da distância da luz.

Em relação à porosidade interna, o maior valor observado foi em RUD (Figura 11 e tabela 2). Por ser um cimento resinoso autoadesivo, RU tem na sua composição ácidos e pó de óxido de zinco ou vidros de alumínio silicato, além da adição de ácido fosfórico^{1,23}. A parte ionomérica apresenta partículas na escala micrométrica e a parte resinosa partículas na escala nanométrica. A variação entre os tamanhos das

partículas gera espaços durante a manipulação do material e o aprisionamento de bolhas de ar²³, fatores que podem ter contribuído para o perfil de porosidade apresentado por RUD. A presença de hidróxido de cálcio na composição do RU também pode ter influenciado na maior porosidade do RUD. O hidróxido de cálcio sofre dissociação em íons OH⁻ e Ca²⁺, gerando espaços vazios na massa^{24,32}.

Quanto à correlação entre a distância da luz e a porcentagem de área com presença de porosidade, ela também foi estatisticamente significativa (Figura 12). RUD apresentou coeficiente de correlação moderado e ACD apresentou fraca correlação. A contração de polimerização maior pode ter contribuído para a redução dos espaços no interior da massa de ACD, diminuindo, assim, seu valor de porosidade (Tabela 2). Observando o perfil de porosidade de RUD nos diferentes terços, a mesma hipótese pode ser apontada para justificar o maior valor de porosidade. Observado os terços S e I, ambos apresentaram, respectivamente, maior e menor valor de porosidade e menor e maior valor de contração de polimerização.

No presente trabalho, analisar *in vitro* o perfil de contração resultante da polimerização e o perfil de porosidade foi fundamental para conhecer o grau de deformação dos materiais e, conseqüentemente, planejar a otimização do seu comportamento quando utilizados numa condição clínica. Para tanto, a técnica de microtomografia por raios X foi fundamental, pois permitiu a avaliação em toda a extensão das amostras, independentemente da profundidade, devido à alta capacidade de penetração dos raios X^{5,12}. Entretanto, o alto custo e o tempo necessário para a aquisição e realização das análises são fatores que limitam o número de repetições por grupo e o número de variáveis para estudo.

CONCLUSÃO

Dentro das limitações do presente estudo *in vitro*, é possível concluir que:

A composição influenciou no perfil de contração de polimerização e o perfil de porosidade dos cimentos RU e AC (hipótese I aceita).

A luz emitida pelo aparelho fotoativador interferiu no perfil de contração de polimerização e porosidade de RU e AC (hipótese II aceita).

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] 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.
- [2] Al Sunbul H, Silikas N, Watts DC. Polymerization shrinkage kinetics and shrinkage-stress in dental resin-composites. *Dent Mater*. 2016 mai; 32:998-1006.
- [3] 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.
- [4] Camps J, Dejou J, Remusat M, About I. Factors influencing pulpal response to cavity restorations. *Dent Mater*, 2000; 16:432–440.
- [5] Carrera CA, Lan C, Escobar-Sanabria D, Li Y, Rudney J, Aparicio C, et al. The use of micro-CT with image segmentation to quantify leakage in dental restorations. *Dent Mater*. 2015 jan; 31:382-390.
- [6] Chiang YC, et al. Polymerization composite shrinkage evaluation with 3D deformation analysis from microCT images. , 2010; 26: 223-231.
- [7] Condon JR, Ferracane JL. Reduced polymerization stress through non-bonded nanofillerparticles. *Biomaterials*, 2002; 23:3807-3831.
- [8] Davidson CL, De Gee AJ. Light-curing units, polymerization, and clinical implications. *J Adhes Dent*. 2000; 2:167-173.
- [9] Essam S, Shawkat, AC, Shortall OA, William MP. Oxygen inhibition and incremental layer bond strengths of resin composites. *Dental Mater*, 2009; 25:1338–1346.
- [10] Fleming GJP, Addison O. Adhesive cementation and the strengthening of all-ceramic dental restoration. *J Adhes Sci Tech*, 2009; 23:945-959.
- [11] Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Sansburry JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci*. 2009; 117:442-446.
- [12] Han S, Sadr A, Tagami J, Park S. Non-destructive evaluation of an internal adaptation of resin composite restoration with swept-source optical coherence tomography and micro-CT. *Dent Mater*. 2015 oct; 32:81-87.
- [13] 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.
- [14] Ilie N, Kunzelmann KH, Visvanathan A, Hickel R. Curing behavior of a nanocomposite as a function of polymerization procedure. *Dent Mater J*. 2005; 24:469-77.
- [15] Irie M, Tanaka J, Maruo Y, Nishigawa G. Vertical and horizontal polymerization shrinkage in composite restorations. *Dent Mater*. 2014 feb; 30:89-98.
- [16] Kelly JR, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J*. 2011; 56:84-96.
- [17] Khoroushi M, Ghasemi M, Abedinzadeh R, Samimi P. Comparison of immediate and delayed light-curing on nano-indentation creep and contraction

- stress of dual-cured resin cements. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2016 Aug;64:272-280.
- [18] Kleverlaan C, Feilzer A. Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composite. *Dent Mater* 2005; 21:1150-7.
- [19] Lambrechts P, Braem M, Vanherle G. Evaluation of clinical performance for posterior composite resins and dentin adhesives. *Oper Dent*. 1987; 12:53-78.
- [20] Lu H, Stansbury JW, Bowman CN. Impact of curing protocol on conversion and shrinkage stress. *Dental Materials*. 2005; 21:56-67.
- [21] Malkoç MA, Sevimay M, Tatar I, Çelik HH. Micro-CT Detection and characterization of porosity in luting cements. *J Prosthodont*, 2015; 24:553-61.
- [22] Moreira AC, Appoloni CR, Mantovani IF, Fernandes JS, Marques LC, Nagata R, 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.
- [23] Mulltinovic-Nikolic AD, Medi VB, Vukovic ZM. Porosity of different dental luting cements. *Dent Mater*, 2007; 23:674-678.
- [24] Mutal L, Gani O. Presence of pores and vacuoles in set endodontic sealers. *Int Endod J*, 2005; 38:690-696.
- [25] Netto AM, Steinhaus J, Hausnerova B, Moeginger B, Blümich B. Time-resolved study of the photo-curing process of dental resins with the NMR-MOUSE. *Appl Magn Reason*. 2013; 44:[S.P].
- [26] Pulido CA, Franco APGO, Gomes GM, Bittencourt BF, Kalinowski HJ, Gomes JC, et al. An in situ evaluation of the polymerization shrinkage, degree of conversion, and Bond strength of resin cements used for luting fiber pots. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2016; 116:570-576.
- [27] 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.
- [28] Salz U, Zimmermann J, Salzer T. Self-curing, self-etching adhesive cement systems. *J Adhes Dent*, 2005; 7:7-17.
- [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] Spinell T, Schedle A, Watts DC. Polymerization shrinkage kinetics of dimethacrylate resin-cements. *Dent Mater*. 2009 apr; 25:1058-1066.
- [31] Sun J, Lin-Gibson S. X-ray microcomputed tomography for measuring polymerization shrinkage of polymeric dental composites. *Dent Mater*, 2008; 24:228–234.
- [32] 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.
- [33] Versluis A, Tantborojn D. Theoretical considerations of contraction stress. *Compend Contin Educ Dent*, 1999; 20:24 – 32.
- [34] Wang Z, Chiang MYM. System compliance dictates the effect of composite filler content on polymerization shrinkage stress. *Dent Mater*. 2016 jan; 32:551-560.
- [35] Watts DC. Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerised networks. *Dental Materials*. 2005; 21:27-35.

ILUSTRAÇÕES (FOTOGRAFIAS, GRÁFICOS, DESENHOS, QUADROS, ETC.)

Cimento	Fabricante (Lote)	Composição*	Cor
RelyX U200 (RU)	3M ESPE. St. Paul., MN, USA. (486266)	<p>Pasta Base: pó vidro tratado com silano, ácido 2-propenóico, 2-metil 1,1'-[1-(hydroxymetil) – 1,2-ethanodlyl] éster, dimetacrilato de trietileno glicol (TEGDMA), sílica tratada com silano, fibra de vidro, persulfato de sódio e per-3,5,5-trimetilhexanoato 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 (AC)	FGM. Joinville, SC, Brasil (050815)	<p>Pasta Base: monômeros metacrilatos (TEGDMA, 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

Figura 1 - Informações dos cimentos resinosos avaliados.

*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/>

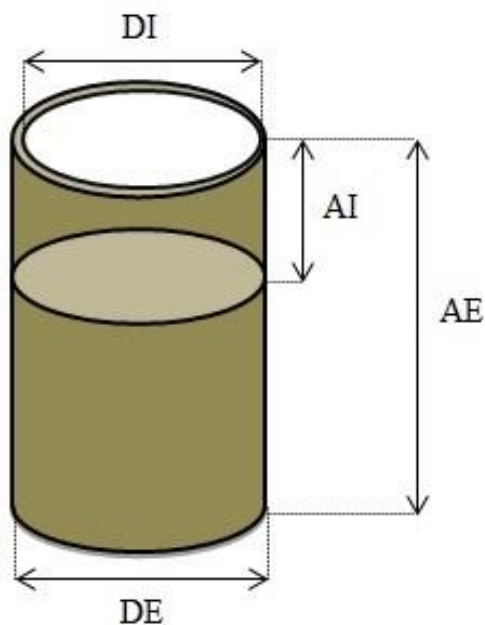


Figura 2 - Representação esquemática da matriz para análise no μ CT: DI (Diâmetro Interno) = 4mm, DE (Diâmetro Externo) = 6mm; AE (Altura Externa) = 5cm e AI (Altura Interna) = 4mm.

Parâmetro	Valor utilizado
Voltagem (kV)	100
Amperagem (μ A)	100
Resolução (tamanho do pixel) (μ m)	3,5
Rotação do eixo	180°
Passo de rotação	0,4rs ou 0.4°
Filtro	AICu
Tempo de escaneamento	\pm 50min

Figura 3 - Parâmetros utilizados pelo aparelho de μ CT SkyScan 1172 (Brucker BioSpin Corporation, Kontich, Bélgica) para escaneamento das amostras.

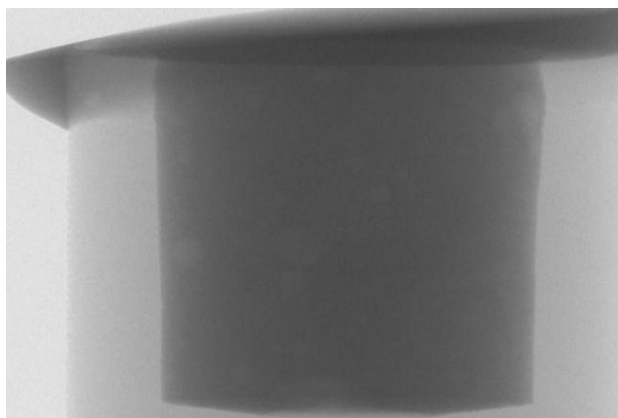


Figura 4 - Imagem de Raio-X gerada pelo μ CT.

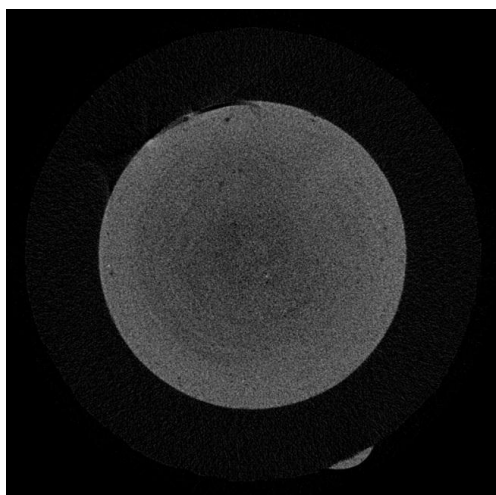


Figura 5.A RUQ.

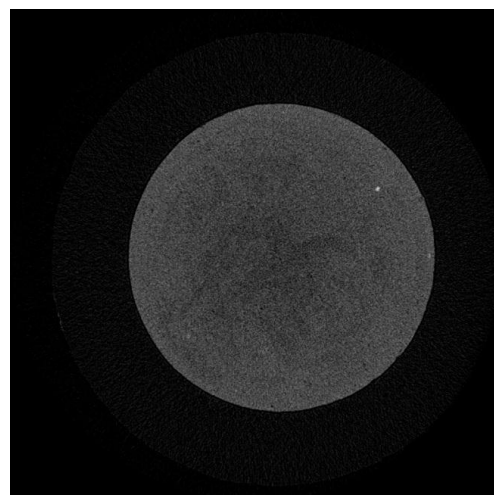


Figura 5.B RUD.

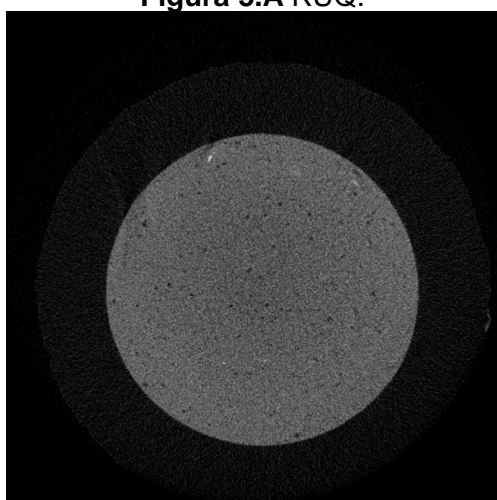


Figura 5.C ACQ.

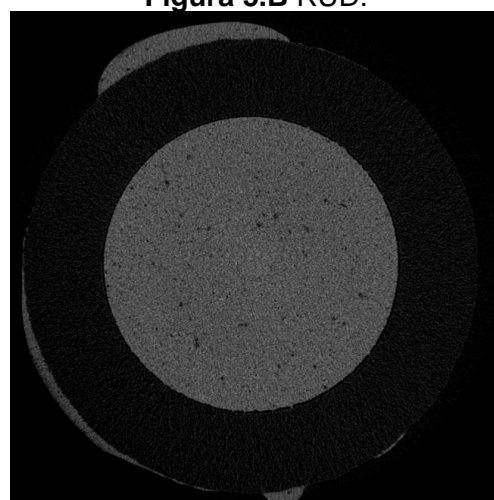


Figura 5.D ACD.

Figura 5 A a D - Imagem das secções transversais das amostras feitas pelo software NRecon.

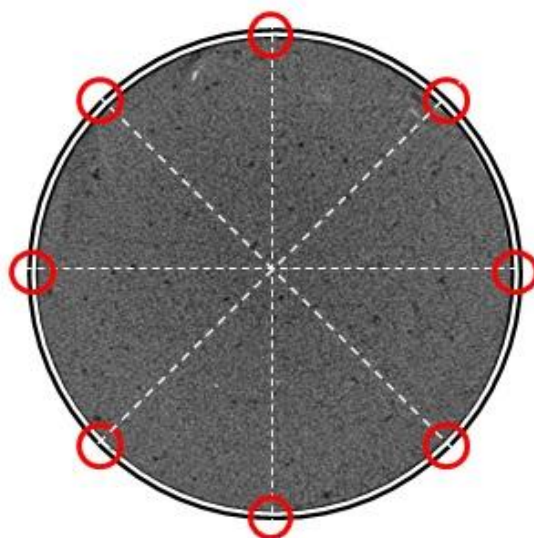


Figura 6 - Imagem representativa da determinação dos pontos de medidas sobre a imagem de corte transversal.

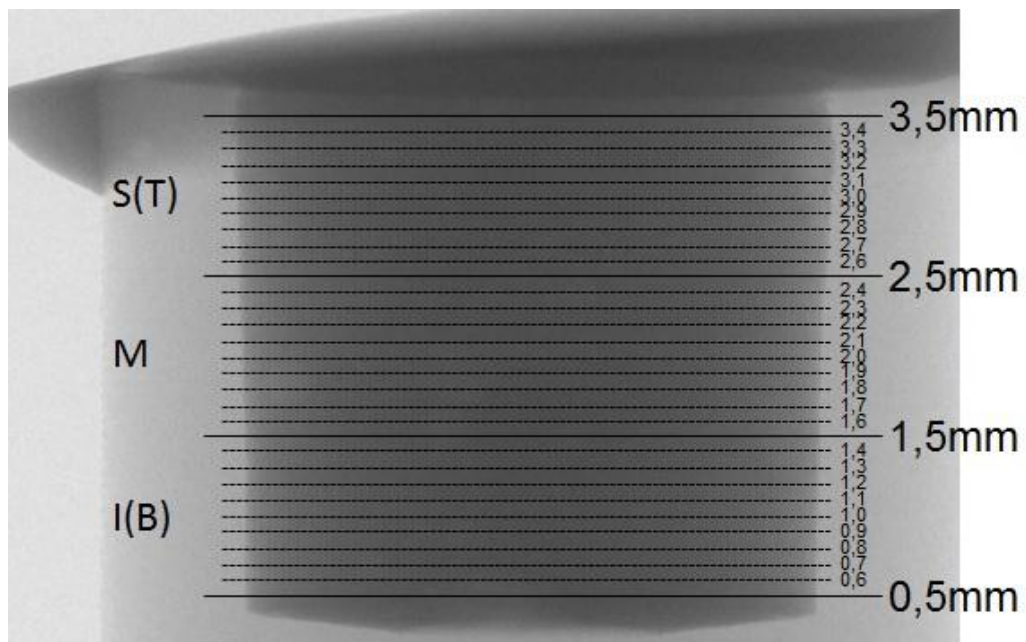


Figura 7 - Imagem representativa da divisão dos terços e dos *slices*, por terço, que foram avaliados para contração de polimerização.

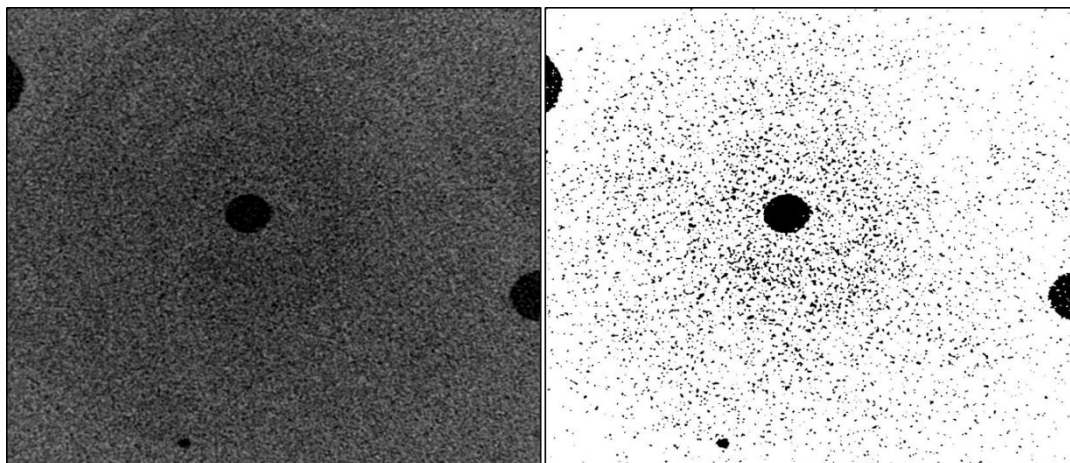


Figura 8 - Exemplo de imagem binarizada para detecção de porosidades.

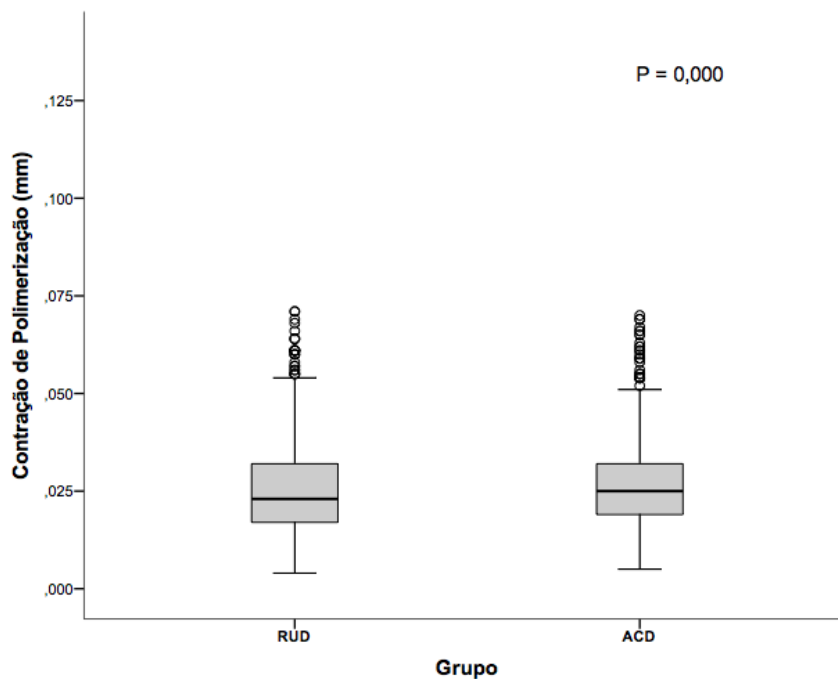


Figura 9 - Mediana, quartis e *outliers* da contração de polimerização inicial nos grupos RUD e ACD. ACD ($M = 0,025\text{mm}$; $\text{IQ} = 0,013\text{mm}$) e RUD ($M = 0,023\text{mm}$; $\text{IQ} = 0,015\text{mm}$).

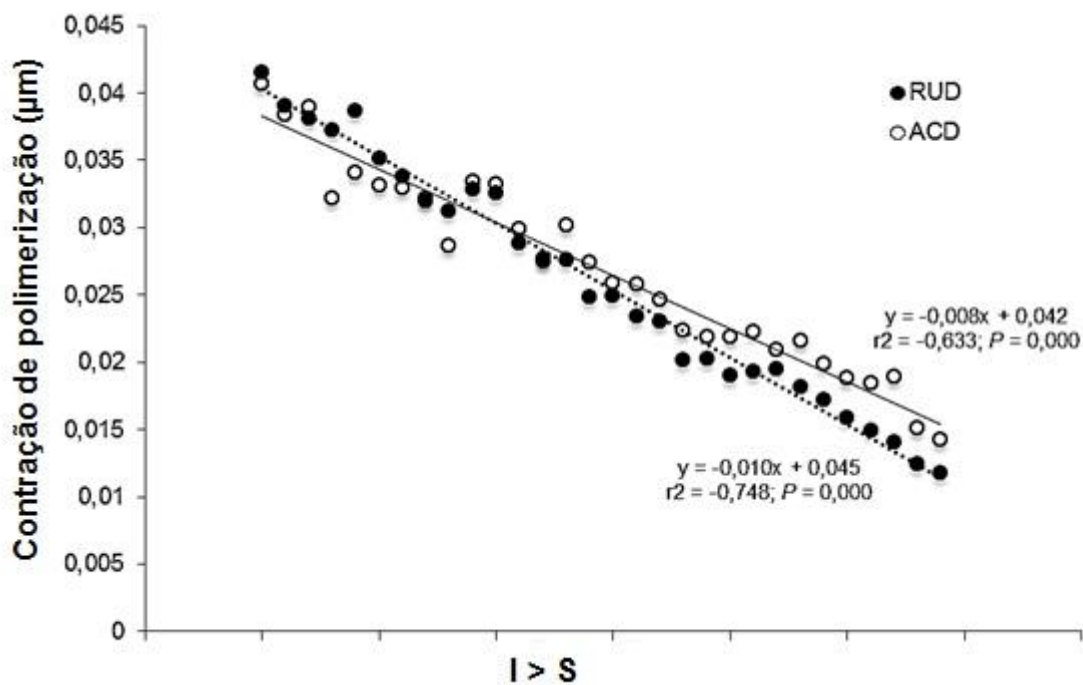


Figura 10 - Correlação entre a contração de polimerização e a distância da luz.

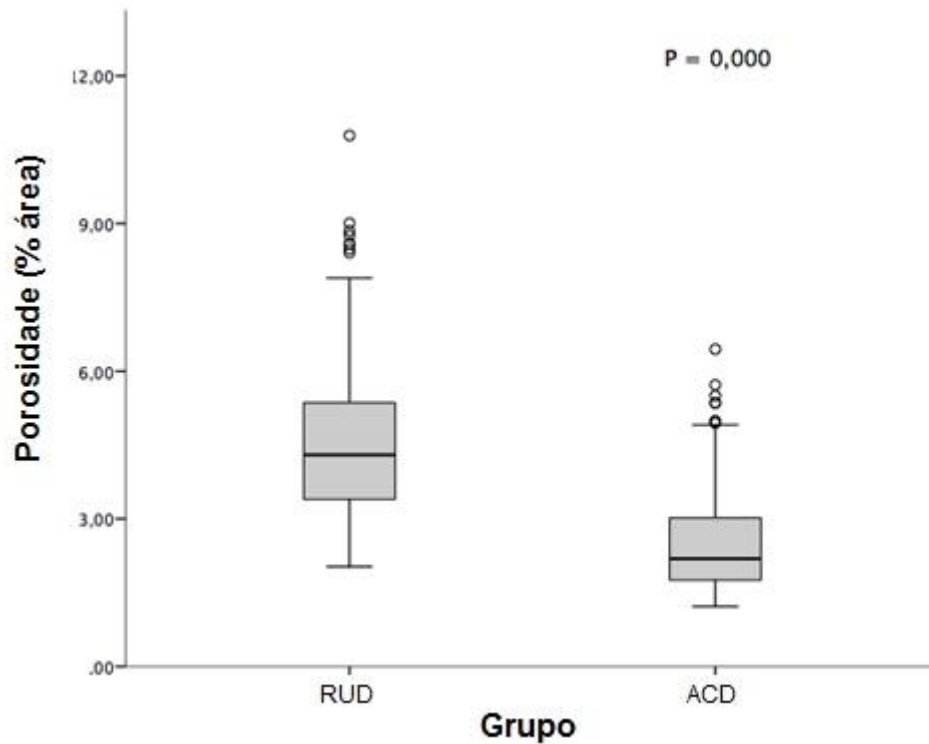


Figura 11 – Mediana, quartis e outliers da porcentagem de área com presença de porosidade nos grupos RUD e ACD. RUD ($M = 4,30\%$) e ACD ($M = 2,19\%$).

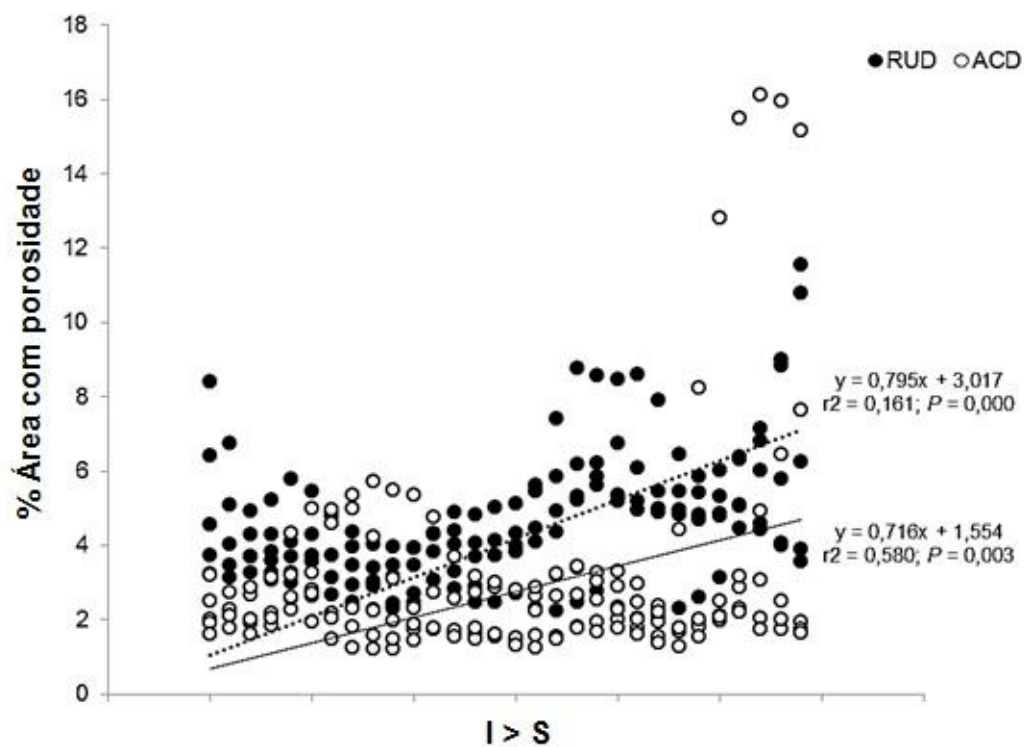


Figura 12 - Correlação entre porcentagem de área com presença de porosidade e a distância da luz.

TABELAS

Tabela 1 - Mediana e intervalo interquartilico da contração de polimerização inicial nos terços inferior, médio e superior em RUD e ACD ($P=0,000$).

Cimento	Terço I M (IQ)	Terço M M (IQ)	Terço S M (IQ)
RUD	0,033 (0,015) ^{a, b}	0,024 (0,010) ^{a, c, A}	0,016 (0,007) ^{b, c, B}
ACD	0,033 (0,012) ^{d, e}	0,026 (0,010) ^{d, f, A}	0,018 (0,009) ^{e, f, B}

Letras minúsculas iguais na mesma linha significam diferença estatisticamente significativa (teste de Wilcoxon: $P_a = 0,000$; $P_b = 0,000$; $P_c = 0,000$; $P_d = 0,000$; $P_e = 0,000$; $P_f = 0,000$).

Letras maiúsculas na mesma coluna indicam diferença estatisticamente significativa (teste de Mann Whitney U: $P_A = 0,003$; $P_B = 0,000$).

Tabela 2 - Mediana e intervalo interquartilico da porcentagem de área com porosidade nos terços inferior, médio e superior em RUD e ACD ($P = 0,000$).

Cimento	Terço I M (IQ)	Terço M M (IQ)	Terço S M (IQ)
RUD	3,70 (1,16) ^{a, c, A}	4,08 (2,11) ^{a, b, B}	5,18 (1,77) ^{b, c, C}
ACD	2,27 (1,24) ^A	1,91 (1,26) ^B	2,10 (1,33) ^C

Letras minúsculas iguais na mesma linha significam diferença estatisticamente significativa (teste de Wilcoxon: $P_a = 0,000$; $P_b = 0,000$; $P_c = 0,000$).

Letras maiúsculas na mesma coluna indicam diferença estatisticamente significativa (teste de Mann Whitney U: $P_A = 0,003$; $P_B = 0,000$; $P_C = 0,000$).

ANEXO

Intrusões aos autores

<http://www.scielo.br/revistas/jaos/pinstruc.htm>



INSTRUÇÕES AOS AUTORES

- [Escopo e política](#)
- [Forma e preparação de manuscritos](#)
- [Envio de manuscritos](#)

ISSN 1678-7757 versão

impressa

ISSN 1678-7765 versão online

Atualizado: 09/08/2016

Escopo e política

1 ESCOPO

O periódico **Journal of Applied Oral Science** tem como missão a divulgação dos avanços científicos e tecnológicos conquistados pelas comunidades odontológica e fonoaudiológica, respeitando os indicadores de qualidade, a fim de que seja assegurada a sua aceitabilidade junto à comunidade de pesquisadores da área em nível local, regional, nacional e internacional. Tem como objetivo principal publicar resultados de pesquisas originais e, a convite do Editor-Chefe, casos clínicos e revisões no campo das ciências orais, com ênfase em Odontologia, Fonoaudiologia e áreas correlatas.

Este periódico adota a licença Creative Commons CC-BY:

“Esta licença permite que outros distribuam, remixem, adaptem e criem a partir do seu trabalho, mesmo para fins comerciais, desde que lhe atribuam o devido crédito pela criação original. É a licença mais flexível de todas as licenças disponíveis. É recomendada para maximizar a disseminação e uso dos materiais licenciados.”

Não há cobrança aos autores para submissão de manuscritos e nem mesmo para processamento dos artigos (APC).

2 DAS NORMAS GERAIS

2.1 Os trabalhos enviados para publicação devem ser inéditos, não sendo permitida a sua submissão simultânea em outro periódico, seja este de âmbito nacional ou internacional. O Journal of Applied Oral Science reserva todo o direito autoral dos trabalhos publicados, inclusive tradução, permitindo, entretanto, a sua posterior reprodução como transcrição com devida citação de fonte.

2.2 Só serão recebidos para publicação, trabalhos redigidos em inglês, ficando o conteúdo dos textos, das citações e das referências sob inteira responsabilidade dos autores.

2.3 O Journal of Applied Oral Science tem o direito de submeter todos os manuscritos ao Corpo Editorial, o qual está completamente autorizado a determinar a conveniência de sua aceitação, ou devolvê-los aos autores com sugestões e modificações no texto e/ou para adaptação às regras editoriais da revista. Neste caso, o manuscrito será reavaliado pelo Editor-Chefe e Corpo Editorial.

2.4 O Journal of Applied Oral Science recebe revisões de literatura e relatos de casos clínicos apenas mediante convite do Editor-Chefe.

2.5 Os conceitos afirmados nos trabalhos publicados são de inteira responsabilidade dos autores, não refletindo obrigatoriamente a opinião do Editor-Chefe ou Corpo Editorial.

2.6 As datas do recebimento do original e da aceitação do artigo constarão quando da publicação.

2.7 Cada autor correspondente receberá um fascículo da revista no qual seu trabalho foi publicado. Exemplares adicionais, se solicitados, serão fornecidos, sendo-lhes levado a débito o respectivo acréscimo.

2.8 Dependendo da disponibilidade dos recursos financeiros do Journal of Applied Oral Science ou dos autores, ilustrações coloridas serão publicadas a critério do Editor-Chefe.

3 CRITÉRIOS DE ARBITRAGEM

3.1 Revisão técnica: os trabalhos serão avaliados primeiramente quanto ao cumprimento das normas de publicação e documentação exigida na submissão dos manuscritos. Se não de acordo às instruções serão devolvidos aos autores para as devidas adequações antes mesmo de serem submetidos à avaliação pelos Editores Associados e revisores.

3.2 Pré-Análise: os manuscritos aprovados na revisão técnica serão submetidos aos Editores Associados para apreciação quanto à adequação ao escopo da revista. Caso o manuscrito não esteja dentro dos parâmetros esperados será devolvido ao autor correspondente pelo Editor-Chefe.

3.3 Análise de mérito e conteúdo: os artigos aprovados pelos Editores Associados serão avaliados quanto ao mérito e método científico por no mínimo dois relatores ad hoc de unidades distintas à de origem do trabalho, além do Editor-Chefe. O Editor-Chefe decidirá sobre a aceitação do manuscrito. Quando necessária revisão do original, o manuscrito será devolvido ao autor correspondente para modificação. Uma versão revisada com as alterações efetuadas deverá ser re-submetida pelos autores, que será reavaliada pelo Editor-Chefe, Editores Associados e revisores conforme a necessidade.

3.4 Após aprovação quanto ao mérito científico, os trabalhos serão submetidos à revisão final, feita por profissional autônomo indicado pela revista. O pagamento deste serviço ficará sob a responsabilidade do(s) autor(es), e os procedimentos necessários, o valor do serviço e a forma de pagamento diretamente ao profissional serão encaminhados ao autor correspondente. Nos casos de inadequação os trabalhos serão encaminhados para os autores para revisão.

3.5 Tanto os avaliadores quanto os autores, durante todo o processo de tramitação dos artigos, não são identificados pela outra parte.

3.6 Os conceitos emitidos nos trabalhos publicados serão de responsabilidade exclusiva dos autores, não refletindo obrigatoriamente a opinião do Editor-Chefe ou Corpo Editorial.

4 DA CORREÇÃO DAS PROVAS TIPOGRÁFICAS

4.1 A prova tipográfica será enviada ao autor correspondente por meio de correio eletrônico em formato PDF para aprovação final.

4.2 O autor dispõe de um prazo de 72 horas para correção e devolução do original devidamente revisado, se necessário.

4.3 Se não houver retorno da prova em 72 horas, o Editor-Chefe considerará como final a versão sem alterações e não serão permitidas maiores modificações. Apenas pequenas modificações, correções de ortografia e verificação das ilustrações serão aceitas. Modificações extensas implicarão na reapreciação pelos assessores e atraso na publicação do trabalho.

4.4 A inclusão de novos autores não é permitida nesta fase do processo de publicação.

Forma e preparação de manuscritos

1 APRESENTAÇÃO DO MANUSCRITO

1.1 Estrutura do manuscrito

Página de rosto (deverá ser submetida como arquivo suplementar pelo sistema de submissão online da revista) que deverá conter apenas:

- O título do manuscrito em inglês.
- Os nomes dos autores na ordem direta seguido da sua principal titulação e afiliação institucional em inglês.
- Endereço completo do autor correspondente, a quem todas as correspondências devem ser endereçadas, incluindo telefone e fax bem como endereço de e-mail.

1.2 Texto

- O artigo deverá ser previamente traduzido ou revisado por empresa ou profissional autônomo que assegurem a qualidade do vernáculo. Os custos desse serviço ficarão a cargo dos autores do artigo. Autores que tenham a língua inglesa como nativa deverão apresentar declaração na qual se

- responsabilizam pela redação.
- Título e subtítulo, se necessário, do trabalho em inglês;
 - Resumo: deverá incluir o máximo de 300 palavras, ressaltando-se no texto uma pequena introdução, objetivo, material e métodos, resultados e conclusões.
 - Palavras-chave: (correspondem às palavras ou expressões que identificam o conteúdo do artigo). Para determinação das palavras-chave os autores deverão consultar a lista de assuntos do "Índex Medicus" e os Descritores em Ciências da Saúde - DeCS (consulta eletrônica pelo endereço: <http://www.decs.bvs.br/>). Deve-se usar ponto final para separar as palavras-chave, que devem ter a primeira letra da primeira palavra em letra maiúscula. Ex: Dental implants. Fixed prosthesis. Photoelasticity. Passive fit.
 - Introdução: resumo do raciocínio e a proposta do estudo, citando somente referências pertinentes. Estabelecer a hipótese do trabalho.
 - Material e Métodos: o material e os métodos são apresentados com detalhes suficientes para permitir a confirmação das observações. Incluir cidade, estado e país de todos os fabricantes depois da primeira menção dos produtos, reagentes ou equipamentos. Métodos publicados devem ser referenciados e discutidos brevemente, exceto se modificações tenham sido feitas. Indicar os métodos estatísticos utilizados, se aplicável. Consultar o item 3 para princípios éticos e registro de ensaios clínicos.
 - Resultados: apresenta os resultados em uma seqüência lógica no texto, com tabelas e ilustrações. Não repetir no texto todos os dados das tabelas e ilustrações, enfatizando somente as observações importantes. Utilizar o mínimo de tabelas e ilustrações possível.
 - Discussão: enfatizar os aspectos novos e importantes do estudo e as conclusões resultantes. Não repetir em detalhes dados ou informações citadas na introdução ou resultados. Relatar observações de outros estudos relevantes e apontar as implicações de seus achados e suas limitações.
 - Conclusão(ões): (quando houver).
 - Agradecimentos (quando houver) - agradeça a pessoas que tenham contribuído

de maneira significativa para o estudo.
Especifique auxílios financeiros citando o nome da organização de apoio de fomento e o número do processo.

- Referências (ver item 2.3)

2 NORMALIZAÇÃO TÉCNICA

O manuscrito deve ser digitado com: espaçamento de 1,5, fonte Arial, tamanho 11, 3 cm de margem de cada um dos lados, papel A4, perfazendo um total de, no máximo, 15 páginas, incluindo ilustrações (gráficos, fotografias, tabelas etc). Os autores devem manter uma cópia do manuscrito para eventuais solicitações.

2.1 Ilustrações e Tabelas

2.1.1 As ilustrações (fotografias, gráficos, desenhos, quadros etc.), serão consideradas no texto como figuras, sendo limitadas ao mínimo indispensáveis e devem ser adicionadas em arquivos separados, numeradas consecutivamente em algarismos arábicos segundo a ordem em que aparecem no texto.

2.1.2 As fotografias deverão ser encaminhadas em cores originais, digitalizadas em formato .tif, ou .jpg, com no mínimo 300 dpi de resolução e 10 cm de largura. Essas fotos deverão estar em arquivos separados e não inseridas no texto do Word.

2.1.3 As legendas correspondentes deverão ser claras, concisas e localizadas ao final do trabalho em forma de lista separada e precedidas da numeração correspondente.

2.1.4 As tabelas deverão ser logicamente organizadas, numeradas consecutivamente em algarismos arábicos. A legenda será colocada na parte superior das mesmas. As tabelas deverão ser abertas nas laterais direita e esquerda. As tabelas deverão ser enviadas em formato .xls.

2.1.5 As notas de rodapé serão indicadas por asteriscos e restritas ao mínimo indispensável.

2.2 Citação de autores

A citação dos autores no texto poderá ser feita de duas

maneiras:

1) Somente numérica: "... and interfere with the bacterial system and tissue system^{3,4,7-10}". As referências devem ser citadas em ordem crescente no parágrafo.

2) ou alfanumérica:

- Um autor: Silva²³ (1986)
- Dois autores: Silva and Carvalho²⁵ (1987)
- Três autores: Ferreira, Silva and Martins²⁷ (1997)
- mais que três autores: Silva, et al.²⁸ (1998)
- Caracteres de pontuação tal como pontos e vírgulas devem ser colocados depois da citação numérica dos autores. Ex: Ferreira³⁸.

2.3 Referências

As Referências deverão obedecer aos requisitos "Uniform requirements for manuscripts submitted to Biomedical Journals - Vancouver", para a submissão de manuscritos a revistas biomédicas - disponível no seguinte endereço eletrônico:

http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html.

2.3.1 Toda referência deverá ser citada no texto. Elas devem ser ordenadas alfabeticamente pelo sobrenome do autor e numeradas em ordem crescente. A ordem de citação no texto obedecerá a esta numeração. As abreviaturas dos títulos dos periódicos internacionais citados deverão estar de acordo com o Index Medicus/ MEDLINE.

2.3.2 Não incluir comunicações pessoais e materiais bibliográficos sem data de publicação na lista de referências.

2.3.3 Teses, dissertações, monografias e resumos não serão aceitos como referências.

2.3.4 Listar os nomes dos 6 primeiros autores do trabalho; excedendo este número, os 6 primeiros autores do trabalho devem ser citados, seguidos pela expressão ", et al.", que deve ser seguida por ponto e não escrita em

itálico. Ex: Uhl, et al.

2.3.5 Não ultrapassar a citação de 30 referências, exceto para artigos de revisão de literatura a convite do Editor-Chefe.

Exemplos de referências:

Livro

Melberg JR, Ripa LW, Leske GS. Fluoride in preventive dentistry: theory and clinical applications. Chicago: Quintessence; 1983.

Capítulo de Livro

Verbeeck RMH. Minerals in human enamel and dentin. In: Driessens FCM, Woltgens JHM, editors. Tooth development and caries. Boca Raton: CRC Press; 1986. p. 95-152.

Artigo de periódico

Wenzel A, Fejerskov O. Validity of diagnosis of questionable caries lesions in occlusal surfaces of extracted third molars. Caries Res. 1992;26:188-93.

Artigos com mais de 6 autores:

Citam-se até os 6 primeiros seguidos da expressão " ,et al."

Parkin DM, Clayton D, Black, RJ, Masuyer E, Friedl HP, Ivanov E, et al. Childhood - leukaemia in Europe after Chernobyl: 5 years follow-up. Br J Cancer. 1996;73:1006-12.

Artigo sem autor

Seeing nature through the lens of gender. Science. 1993;260:428-9.

Volume com suplemento e/ou Número Especial

Davidsdon CL. Advances in glass-ionomer cements. J Appl Oral Sci. 2006;14(sp. Issue):3-9.

Fascículo no todo

Dental Update. Guildford 1991 Jan/Feb;18(1).

A exatidão das referências é de responsabilidade dos autores.

3 PRINCÍPIOS ÉTICOS E REGISTROS DE ENSAIOS CLÍNICOS

3.1 Procedimentos experimentais em animais e humanos. O periódico Journal of Applied Oral Science endossa os princípios incorporados na Declaração de Helsinki e insiste que todas as pesquisas que envolvam seres humanos publicadas nesta Revista, sejam conduzidas em conformidade com esses princípios e com outros similares dispostos nos respectivos Comitês de Ética em Pesquisa das respectivas instituições de origem dos autores. No caso de experimentos com animais, estes devem seguir os mesmos princípios de ética envolvidos. Em experimentos que envolvam procedimentos cirúrgicos em animais, os autores devem descrever na seção de Material e Métodos evidências de que a dosagem anestésica produziu efeito adequado e por tempo necessário para a condução do ato cirúrgico. Todos os experimentos com humanos ou animais devem vir acompanhados de descrição, na seção de Material e Métodos, de que o estudo foi aprovado pelos respectivos órgãos que gerenciam a Ética em Pesquisa nas suas instituições de origem.

3.1.1 Artigos apresentando **estudos experimentais em humanos ou animais** deverão **obrigatoriamente** vir acompanhados de documento comprobatório da aprovação pelo Comitê de Ética do relatório dos **resultados enviados para publicação.**

3.2 Registros de Ensaio Clínicos - International Standard Randomized Controlled Trial Number (ISRCTN)

O periódico Journal of Applied Oral Science apóia as políticas para registro de ensaios clínicos da Organização Mundial da Saúde (OMS) e do Comitê Internacional de Editores de Revistas Médicas (ICMJE), reconhecendo a importância dessas iniciativas para o registro e divulgação internacional sobre estudos clínicos com acesso aberto.

Sendo assim, somente serão aceitos para publicação os artigos de pesquisas clínicas que tenham recebido um número de identificação, o ISRCTN, em uma das plataformas de ensaios clínicos, validadas pelos critérios estabelecidos pela OMS e pelo ICMJE. A OMS define Ensaio Clínico como "qualquer estudo de pesquisa que prospectivamente designa participantes humanos ou grupos de humanos para uma ou mais intervenções relacionadas à saúde para avaliar os efeitos e os resultados de saúde. Intervenções incluem, mas não se restringem a drogas, células e outros produtos biológicos, procedimentos cirúrgicos, procedimentos radiológicos, dispositivos, tratamentos comportamentais, mudanças no processo de cuidado, cuidado preventivo etc."

3.2.1 Os artigos que envolvam ensaios clínicos (clinical trials) em voluntários humanos deverão ser enviados acompanhados de dois documentos suplementares **obrigatórios**:

- checklist do CONSORT 2010 (<http://www.consort-statement.org/>)
- comprovante de número de registro da pesquisa em base que atenda às exigências da Organização Mundial de Saúde (OMS) e do Comitê Internacional de Editores de Revistas Médicas (ICMJE).
- Sugestões para autores brasileiros: <http://www.ensaiosclinicos.gov.br/>
- Sugestão para autores brasileiros ou de outras nacionalidades: <http://www.controlled-trials.com/> (ISRCTN) ou <http://prsinfo.clinicaltrials.gov/>).

3.3 O Editor-Chefe e o Conselho Editorial se reservam o direito de recusar artigos que não demonstrem evidência clara de que esses princípios foram seguidos ou cujos métodos empregados forem considerados inapropriados para o uso de humanos ou animais.

4 OUTRAS QUESTÕES SERÃO RESOLVIDAS PELO EDITOR-CHEFE E CONSELHO EDITORIAL

Envio de manuscritos

1 SUBMISSÃO DO TRABALHO

1.1 Os manuscritos deverão ser submetidos por meio do endereço:

<http://www.scielo.br/jaos>

1.2 O arquivo original contendo o manuscrito deve ser submetido sem a identificação dos autores e afiliações. A folha de rosto deverá ser submetida como arquivo suplementar (Title page) contendo o nome dos autores, afiliações e endereço para correspondência.

1.3 As figuras devem ser submetidas como arquivos suplementares de acordo com as especificações do item 2.1 sobre forma e preparação dos manuscritos.

1.4 As tabelas devem ser preparadas em formato Excel e devem ser submetidas como arquivos suplementares.

1.5 Documentos comprobatórios de registro de ensaios clínicos e de aprovação de relatórios por Comitê de Ética deverão ser submetidos como arquivos suplementares obrigatórios.

1.6 Demais documentos, como declaração de responsabilidade pela revisão de inglês ou comprovante de realização de revisão do vernáculo por profissional ou empresa, deverão ser submetidos como arquivos suplementares obrigatórios.

1.7 O [formulário de submissão](#), assinado por TODOS os autores, deve ser submetido como arquivo suplementar contendo o seguinte texto:

A assinatura deste formulário de submissão implica na aceitação do seguinte:

Transferência de Direitos: Considerando a aceitação do trabalho acima descrito, nós, autores, concordamos com o uso da licença Creative Commons CC-BY e transferimos para o Journal of Applied Oral Science todos os direitos, título e interesse nos direitos autorais do artigo mencionado acima. Este documento se aplica a todas as traduções do mesmo, assim como a apresentação preliminar, sob quaisquer meios de divulgação, do trabalho aceito e ainda não publicado. Se alguma mudança na autoria (ordem, acréscimo ou eliminação) ocorrer após a submissão do trabalho, um documento de concordância de todos os autores deve ser enviado para ser mantido nos arquivos do Editor-Chefe. O nome de um autor(a) somente poderá ser removido mediante solicitação do(a) mesmo(a).

Responsabilidades do autor:

Eu atesto que:

O trabalho é original e não contém dados falsificados, plagiados ou fraudulentos;

O conteúdo do trabalho não se encontra atualmente em apreciação, e nem será submetido para publicação em outro periódico, até que uma decisão final de não aceitação seja emitida por esta revista;

Eu tive uma contribuição significativa para o trabalho e estou familiarizado com os dados originais descritos no mesmo;

Eu li o trabalho por completo e assumo a responsabilidade pelo conteúdo completo da versão final que foi submetida. Entendo que se o trabalho, ou parte dele, for considerada deficiente ou fraudulenta, assumirei a responsabilidade junto com os outros autores.

Descompromisso de conflito de interesse. Todas as minhas afiliações corporativas ou institucionais e todas as fontes de apoio financeiro ao trabalho estão devidamente citadas ou mencionadas em carta anexa. Certifico que não possuo nenhum interesse comercial ou associativo que represente conflito de interesse em conexão com o trabalho submetido.

NOME: _____ ASSINATURA: _____

DATA: _____