

**UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE - UNESC
CURSO DE ODONTOLOGIA**

**BRUNA ARIATI DE SOUZA DAMOS
LILIANE DE MELO FAUSTO**

**MÉTODOS DE DISPERSÃO DO NANO-ZIRCÔNIO AO SILICATO
TRICÁLCIO E ANÁLISE DA RADIOPACIDADE**

CRICIÚMA

2018

**BRUNA ARIATI DE SOUZA DAMOS
LILIANE DE MELO FAUSTO**

**MÉTODOS DE DISPERSÃO DO NANO-ZIRCÔNIO AO SILICATO
TRICÁLCIO**

Projeto de pesquisa do Curso de Odontologia da Universidade do Extremo Sul Catarinense-UNESC submetido para aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade do Extremo Sul Catarinense.

Orientadora: Prof^ª Ma. Anarela Bernardi Vassen

CRICIÚMA

2018

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus que permitiu que tudo isso acontecesse, ao longo de nossas vidas, e não somente nestes anos como universitárias, mas que em todos os momentos é o maior mestre que alguém pode conhecer.

A nossa orientadora Ma. Anarela Vassen Bernardi, pelo empenho dedicado à elaboração deste trabalho, pela confiança, por suas correções, incentivos e amizade.

Agradecemos a todos os professores, por nos proporcionar o conhecimento não apenas racional, mas a manifestação do caráter e afetividade da educação no processo de formação profissional, por tanto que se dedicaram a nós, não somente por terem nos ensinado, mas por terem nos feito aprender. A palavra mestre, nunca fará justiça aos professores dedicados aos quais sem nominar terão os nossos eternos agradecimentos.

A Universidade do Extremo Sul Catarinense, pela oportunidade de fazer o curso.

Ao IPARQUE- Parque científico e tecnológico- Laboratório de pesquisa (CERTEC).

Ao Prof. Oscar Oscar Rubem Klegues Montedo, por todas as orientações.

Aos nossos pais, pelo amor, incentivo e apoio incondicional.

Aos nossos amigos e colegas de graduação.

Agradecemos a todos que uma alguma forma contribuíram para a realização deste estudo.

E a todos que direta ou indiretamente fizeram parte da nossa formação, o nosso muito obrigada.

RESUMO

A utilização de um agente radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato é fundamental para torná-lo suficientemente radiopaco e visível radiograficamente. Esta característica é essencial para seu uso clínico. A radiopacidade dos cimentos endodônticos deve seguir a Norma ANSI/ADA Standard N° 57 - Endodontic Sealing Materials (2012), sendo que a dispersão do radiopacificador ao cimento é uma etapa importante que pode interferir nas suas propriedades. O objetivo desse estudo será avaliar métodos de dispersão do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato tricálcico através da dispersão manual, agitação eletromagnética e moinho de alta energia com microesferas de zircônio por meio de microscopia eletrônica de varredura e teste de radiopacidade ANSI/ADA.

Palavras-chave: Silicato de cálcio, Óxido de zircônio, Endodontia.

LISTA DE SIGLAS

ADA - American Dental Association;

Al – Alumínio;

ANSI - American National Standards Institute;

°C - Celsius;

CEP - Comitê de Ética em Pesquisa;

CERTEC – Laboratório de Cerâmica técnica;

cm – Centímetro;

CNS – Conselho Nacional de Saúde;

EUA - Estados Unidos Da América;

gr – Grama;

h – Hora;

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura;

ml – Mililitro;

mm – Milímetro;

MTA - Agregado de Trióxido Mineral;

Nº - número;

P.A - Puro na Forma de Pó;

pH - Potencial Hidrogeniônico;

ST - Silicato Tricálcico;

TCLE – Termo de Consentimento Livre e Esclarecido;

UNESC - Universidade do Extremo Sul Catarinense;

µL - Microlitro;

µm - Micrômetros;

ZrO₂ – Óxido de Zircônia;

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	14
1.1 ÁREA	15
1.2 TEMA.....	15
1.3 DELIMITAÇÃO DO TEMA	15
1.5 JUSTIFICATIVA	15
1.6 OBJETIVOS.....	16
1.6.1 OBJETIVO GERAL.....	16
1.6.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
1.6.3 HIPÓTESE	16
2. REVISÃO DE LITERATURA	17
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	18
3.1 DESENHO DO ESTUDO	19
3.2 AMOSTRA.....	19
3.2.1 CRITÉRIOS DE INCLUSÃO	19
3.2.2 CRITÉRIOS DE EXCLUSÃO.....	19
3.2.3 MATERIAIS E MÉTODOS DE EXPERIMENTO	20
3.3 MATERIAIS	20
3.4 METODOLOGIA.....	20
3.4.1 GRUPOS	20
3.4.2 ENSAIOS	20
3.4.2.1 MÉTODOS DE DISPERSÃO.....	20
3.5 RISCO	21
3.6 BENEFÍCIO	22
3.7 DESFECHO PRIMÁRIO.....	22
3.8 DESFECHO SECUNDÁRIO.....	22
4. CRONOGRAMA	22
5. ORÇAMENTO	23
5.1 CAPITAL	23
5.2 CUSTEIO	23
REFERÊNCIAS	24
APÊNDICES	28

APÊNDICE A – TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE ESCLARECIDO.....	28
APÊNDICE B – CARTA DE ACEITE.....	30
APÊNDICE C- SUBMISSÃO AO CEP.....	31
APÊNDICE D- NORMA ANSI/ADA.....	35

1. INTRODUÇÃO

Os cimentos hidráulicos à base de silicato são muito utilizados como materiais de reparo de tecidos pulpares ou apicais por sua bioatividade na Endodontia (CAMILLERI *et al.*, 2013; CORNÉLIO *et al.*, 2017). Apresentam propriedades físico-químicas satisfatórias que estimulam o reparo tecidual e proporcionam um ambiente antimicrobiano (ESTRELA *et al.*, 2000; DUARTE *et al.*, 2003).

Dentre os cimentos hidráulicos à base de silicato, o agregado trióxido mineral (MTA) é o mais pesquisado (CAMILLERI *et al.*, 2005).

O MTA apresenta-se como um pó hidrofílico composto basicamente por cimento Portland, sendo 68% de silicato tricálcico (ST) (BELÍO-REYES; BUCIO; CRUZ-CHAVEZ, 2009; CAMILLERI *et al.*, 2011), além de outras substâncias (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993; ASGARY *et al.*, 2006; PARIROKH; TORABINEJAD, 2010) como o radiopacificador óxido de bismuto (PARIROKH; TORABINEJAD, 2010) que adicionado o torna suficientemente radiopaco e visível radiograficamente. Porém, além de interferir negativamente na solubilidade, pH e tempo de presa (GUERREIRO-TANOMARU *et al.*, 2016; PARIROKH; TORABINEJAD, 2010) causa manchamento dentário (VALLÉS *et al.*, 2013; CAMILLERI *et al.*, 2014), desta maneira outras substâncias radiopacas estão sendo incorporadas com esta finalidade, como o óxido de zircônio (CUTAJAR *et al.*, 2011).

O óxido de zircônio é proveniente de um mineral raro denominado badileíta (MERCK INDEX 2006). A ligação iônica é composta por oxigênio combinado com um metal no caso o zircônio e sua fórmula química é ZrO_2 (PERUZZO; CANTO, 2006.). O ZrO_2 é intensamente pesquisado nas últimas décadas e tornou-se um material muito importante e versátil, com diferentes aplicações tecnológica em diversos setores industriais (SOUZA *et al.*, 2005) e na Odontologia (KHALIL I *et al.*, 2016). O ZrO_2 tem sido um material de escolha utilizado como radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato (KHALIL I *et al.*, 2016; XUEREBA *et al.*, 2015) devido ao seu alto peso atômico do zircônio (91,224) (PERUZZO; CANTO, 2006).

As partículas de ZrO_2 adicionadas aos cimentos hidráulicos a base de silicato podem ser encontradas em tamanho micrométrico (BOSSO-MARTELO *et al.*, 2015) e nanométrico (GILLANI *et al.*, 2010; RODRIGUES *et al.*, 2010). A utilização de partículas nanométricas demonstraram biocompatibilidade e citocompatibilidade (LIU *et al.*, 2006), melhorando as propriedades mecânicas e físicas dos materiais do cimento endodôntico à base de silicato (GILLANI *et al.*, 2010; RODRIGUES *et al.*, 2010).

Uma boa dispersão do radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato é fundamental para que se obtenha uma boa radiopacidade. Na literatura não há relatos se há interferência dos métodos de dispersão na radiopaciade do material.

Este trabalho tem como objetivo avaliar métodos de dispersão do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato tricálcico.

1.1 ÁREA

Saúde

1.2 TEMA

Odontologia

1.3 DELIMITAÇÃO DO TEMA

Endodontia.

1.4 FORMULAÇÃO DO PROBLEMA E PERGUNTA DE PESQUISA

Os cimentos hidráulicos à base de silicato são muito utilizados como materiais de reparo de tecidos pulpaes ou apicais por sua bioatividade na Endodontia (CAMILLERI *et al.*, 2013, CORNÉLIO *et al.*, 2017). O pó é composto principalmente por cimento Portland (silicato tricálcico na maior proporção) acrescido de um agente radiopacificador para torná-lo suficientemente radiopaco e visível radiograficamente (CAMILLERI *et al.*, 2011).

Uma boa dispersão do radiopacificador ao cimento hidráulico à base de silicato é fundamental para que se obtenha uma boa radiopacidade. Na literatura não há relatos dos métodos utilizados.

Quais métodos podem ser utilizados para dispersão do radiopacificador ao silicato tricálcio?

1.5 JUSTIFICATIVA

A utilização de um agente radiopacificador ao cimento hidráulico à base de silicato é fundamental para torná-lo suficientemente radiopaco e visível radiograficamente. Esta característica é essencial para seu uso clínico.

Muitas pesquisas são desenvolvidas na área endodôntica, buscando melhorar as características físico-químicas e biológicas do cimento hidráulico à base de silicato.

A radiopacidade dos cimentos endodônticos deve seguir a Norma ANSI/ADA Standard Nº 57 - Endodontic Sealing Materials (2012), sendo que a dispersão do radiopacificador no momento da fabricação do cimento é uma etapa importante que pode interferir nas suas propriedades.

Buscamos com este trabalho avaliar métodos para dispersão do radiopacificador ao silicato tricálcico seguindo o padrão da Norma ANSI/ADA.

1.6 OBJETIVOS

1.6.1 Objetivo Geral

Avaliar métodos de dispersão do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato de tricálcico.

1.6.2 Objetivos Específicos

- Avaliar o método de dispersão manual do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato de tricálcico através do MEV e teste de radiopacidade ANSI/ADA;
- Avaliar o método de dispersão por agitador magnético do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato de tricálcico através do MEV e teste de radiopacidade ANSI/ADA;
- Avaliar o método de dispersão através de moinho de alta energia com esferas de zircônio do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato de tricálcico através do MEV e teste de radiopacidade ISO.

1.7 HIPÓTESE

Os diferentes métodos de dispersão do radiopacificador ao silicato tricálcico interfere na sua dispersão e radiopacidade.

2. REVISÃO

Os cimentos hidráulicos à base de silicato são muito utilizados como materiais de reparo de tecidos pulpares ou apicais por sua bioatividade (CAMILLERI *et al.*, 2013, CORNÉLIO *et al.*, 2017). Apresentam propriedades físico-químicas satisfatórias que estimulam o reparo tecidual e proporcionam um ambiente antimicrobiano (ESTRELA *et al.* 2000, DUARTE *et al.*, 2003).

A bioatividade é a capacidade de um material trocar informações com o sistema biológico (PAS, 2007), ou seja, quando um material reage quimicamente com os fluidos corporais de forma compatível com os processos de reparação dos tecidos (GANDOLFI *et al.*, 2011).

Os cimentos hidráulicos à base de silicato são bioativos e realizam uma interação química produzindo de hidroxiapatita na presença de fosfato (CAMILLERI *et al.*, 2008). Mediante a esta propriedade tem sido utilizado em capeamento pulpar, pulpotomia, perfuração e reabsorção radicular, material retro-obturador em cirurgias para-endodônticas (DUDA *et al.*, 2005) e em tratamentos de dentes despulpados com rizogênese incompleta como tampão apical (LEAL *et al.*, 2011).

O agregado trióxido mineral (MTA) é o mais pesquisado até o momento. MTA é composto principalmente pelo clínquer de cimento Portland (PARIROKH; TORABINEJAD, 2010; GRAZZIONTIN-SOARES *et al.*, 2014) que é constituído em torno de 68% pelo principal e mais reativo componente, o silicato de tricálcico (BELÍO-REYES; BUCIO; CRUZ-CHAVEZ, 2009; CAMILLERI *et al.*, 2011).

Além do silicato tricálcico (ST) (BELÍO-REYES; BUCIO; CRUZ-CHAVEZ, 2009; CAMILLERI, 2011) existem outros componentes (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993; ASGARY *et al.*, 2006; PARIROKH; TORABINEJAD, 2010) como o radiopacificador óxido de bismuto (PARIROKH; TORABINEJAD, 2010) que adicionado o torna suficientemente radiopaco e visível radiograficamente. Outros materiais radiopacificadores têm sido propostos, como o iodofórmio, óxido de zinco, óxido de chumbo, sub-nitrato de bismuto, carbonato de bismuto, tungstato de cálcio (DUARTE *et al.*, 2009) e o óxido de zircônio (CAMILLERI *et al.*, 2011).

Um exemplo disponível comercialmente de cimento à base de silicato que utiliza ZrO_2 é o Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-Fosses, França) que foi desenvolvido com indicações semelhantes ao MTA (DUARTE *et al.*, 2009; PERARD, *et al.*, 2013).

O óxido de zircônio é proveniente de um mineral raro denominado badileíta (MERCK INDEX, 2006), apresenta-se como um pó branco biocompatível e não tóxico (RIBEIRO *et al.*, 2009). A ligação iônica é composta por oxigênio combinado com um metal no caso o zircônio e sua fórmula química é ZrO_2 (PERUZZO; CANTO, 2006).

O ZrO_2 é intensamente pesquisado nas últimas décadas e tornou-se um material muito importante e versátil, com diferentes aplicações tecnológica em diversos setores industriais (SOUZA *et al.*, 2005) e na Odontologia (KHALIL *et al.*, 2016).

Tem sido um material de escolha utilizado como radiopacificador de cimentos endodônticos à base de silicato (XUEREB *et al.*, 2015; KHALIL *et al.*, 2016) atuando como um material inerte que não reage com os subprodutos da hidratação (CAMILLERI *et al.*, 2008).

As partículas de ZrO_2 podem ser encontradas aos cimentos endodônticos em tamanho micrométrico (BOSSO-MARTELO *et al.*, 2015) e nanométrico (GILLANI *et al.*, 2010; RODRIGUES *et al.*, 2010). As micropartículas de ZrO_2 evidenciam um potencial bioativo (CZARNECKA *et al.*, 2008), já as partículas nanométricas demonstraram biocompatibilidade e citocompatibilidade (LIU *et al.*, 2006) melhorando as propriedades mecânicas e físicas (GILLANI *et al.*, 2010; RODRIGUES *et al.*, 2010).

Cutajar *et al.* (2011) demonstrou resultado comparável ao ProRoot MTA do ZrO_2 como radiopacificador quando misturado ao cimento Portland na proporção de 30%.

Tanomaru *et al.* (2015) demonstrou que a associação de ZrO_2 ao MTA resultou em adequada radiopacidade, resistência à compressão, tempo de presa, absorção de água, solubilidade e sorção. A adição de 30% de ZrO_2 não afetou a hidratação e originou um cimento bioativo com propriedades semelhantes ao MTA, podendo considerar o ZrO_2 uma alternativa como agente radiopacificador em substituição ao óxido de bismuto, fornecendo propriedades físico-químicas, mecânicas e biológicas aos cimentos à base de silicato (VAZQUEZ-GARCIA *et al.*, 2016, SLOMPO *et al.*, 2015).

Andrade *et al.* (2017) comprovou a bioatividade induzida por cimento experimental de silicato tricálcico com 20% de óxido de zircônio.

Este trabalho tem como objetivo avaliar métodos de dispersão do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato tricálcico.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Antes da execução, o projeto será encaminhado para avaliação e aprovação da pelo Comitê de Ética e Pesquisa da UNESC.

3.1 DESENHO DO ESTUDO

Estudo de abordagem qualitativa, observacional, experimental, transversal, descritivo.

Os Desenhos de Estudos são utilizados para descrever a combinação nas quais as pesquisas serão formadas e o período no qual as variáveis serão medidas (SOUZA, 2008).

Estudos qualitativos são flexíveis e particulares ao objeto de estudo, evoluem ao longo da investigação e é esta flexibilidade que permite maior aprofundamento e detalhamento dos dados. O investigador observa as pessoas e as interações entre elas, participando de atividades, entrevistando pessoas chave, conduzindo histórias de vida ou estudos de casos e/ou analisando documentos já existentes (SANTOS, 1999).

Estudos observacionais mostram-se mais adequados para evidenciar efeitos adversos raros ou tardios associados a determinados tratamentos e frequentemente oferecem uma indicação mais precisa sobre o que é alcançado na prática clínica cotidiana, uma vez que lançam mão de uma situação dada e observam os resultados daí resultantes, que podem ser contexto-dependentes (PAPANIKOLAOU *et al.*, 2006).

Estudos experimentais caracterizam-se pela manipulação artificial da intervenção por parte do pesquisador, administrando-se uma intervenção e observando-se seu efeito sobre o desfecho (NEDEL; SILVEIRA, 2016).

Estudos descritivos são aqueles que visam apenas a observar, registrar e descrever as características de um determinado fenômeno ocorrido em uma amostra ou população, sem, no entanto, analisar o mérito de seu conteúdo. Geralmente, na pesquisa quantitativa do tipo descritiva, o delineamento escolhido pelo pesquisador não permite que os dados possam ser utilizados para testes de hipóteses, embora hipóteses possam ser formuladas a posteriori, uma vez que o objetivo do estudo é apenas descrever o fato em si (MARCONI *et al.*, 2001; MARCONI *et al.*, 2005).

3.2 Amostra

Não se aplica.

3.2.1 Critério de Inclusão

Não se aplica.

3.2.2 Critérios de Exclusão

Não se aplica.

3.2.3 Materiais e métodos do experimento.

3.3 MATERIAIS

Para o presente estudo, serão utilizados o ST puro (*Mineral Research Processing, Meyzieu, França*) e radiopacificador nano-óxido de zircônio P.A. (Laboratório de Química - UNESC, Criciúma, SC, Brasil).

3.4 METODOLOGIA

3.4.1 Grupos

GRUPOS	Materiais
1 – Controle	Biodentine
2 – Dispersão Manual	ST + 30% de nano-ZrO ₂
3 – Dispersão por Agitação Eletromagnética	ST + 30% de nano-ZrO ₂
4 – Dispersão por Moinho de Alta Energia	ST + 30% de nano-ZrO ₂

3.4.2 Ensaio:

3.4.2.1 Métodos de dispersão:

- Dispersão manual:

O 1g do pó será pesado em balança semi-analítica eletrônica de precisão (marca) de acordo com o grupo 2 citado na tabela acima e colocado em uma placa de vidro. Após, será disperso manualmente por 1 minuto através da espátula no. 72. Em seguida, uma pequena quantidade será levada ao MEV e o restante será utilizado para confeccionar corpos de prova para o ensaio da radiopacidade citado abaixo.

- Dispersão por agitação eletromagnética:

O 1g do pó será pesado em balança semi-analítica eletrônica de precisão (marca) de acordo com o grupo 3 citado na tabela acima e colocado em um béquer de 50ml vazio. Após, será colocado álcool isopropílico em volume suficiente para cobrir o pó. Este conjunto será levado ao agitador eletromagnético (marca) por 1 minuto com um peixinho (marca) no seu interior. Em seguida, será levado a estufa 70°C até evaporação total do álcool. Depois, o pó será raspado do fundo do béquer com uma espátula no. 72 e uma pequena quantidade será levada ao MEV e o restante será utilizado para confeccionar corpos de prova para o ensaio da radiopacidade citado abaixo.

- Dispersão por moinho de alta energia:

O 1g do pó será pesado em balança semi-analítica eletrônica de precisão (marca) de acordo com o grupo 4 citado na tabela acima e colocado em jarro específico para moinho de alta energia (marca) com esferas de zircônio e coberto por álcool isopropílico em volume suficiente para cobrir o pó. O tempo de dispersão através do moinho será de 1 minuto. Após o pó será colocado em bandeja, seco em estufa a 70 °C por 24 h e em seguida desaglomerado em gral de ágata. Em seguida, uma pequena quantidade será levada ao MEV e o restante será utilizado para confeccionar corpos de prova para o ensaio da radiopacidade citado abaixo.

Radiopacidade

O teste de radiopacidade seguirá a Norma ANSI/ADA Standard N° 57 - Endodontic Sealing Materials (2012). Serão confeccionados 5 corpos-de-prova para cada grupo experimental. Após a manipulação, os materiais serão inseridos em anéis metálicos medindo 1 mm de altura por 10 mm de diâmetro interno, sendo levados à estufa a 37 °C e 100% de umidade relativa por 96 h. Um sensor de radiografia digital direta (T2, Microimagem, Brasil) será utilizado para obter as radiografias de cada grupo. Cada corpo-de-prova será colocado sobre o sensor, juntamente com um penetrômetro de alumínio (marca) com espessura variando de 1 a 10 mm, em degraus uniformes de 1 mm, e irradiados com um aparelho de raios-X (Spectro 70x, Dabi Atlante, Brasil) com a distância foco-objeto de 30 cm e tempo de exposição de 0,2 s. As imagens geradas serão gravadas em computador e analisadas por software (Photoshop, Adobe, EUA). Na análise, toda a região do corpo-de-prova será selecionada e obtida uma média dos valores de tons de cinza da imagem, representando a densidade radiográfica. Este valor será comparado com a imagem da escala de alumínio e, por regressão linear, será possível determinar a radiopacidade do material em mmAl.

-Laboratório de Cerâmica Técnica (CerTec) – UNESC. Professor Oscar Rubem Klegues Montedo

3.5 RISCO

Nenhum método ser eficaz na dispersão do óxido de zircônio ao silicato tricálcico.

5 ORÇAMENTO

Todas as despesas serão de responsabilidade do autor do projeto.

5.1 CAPITAL

Tabela 1 - Despesas de capital

Discriminação	Quantidade	Valor Unitário R\$	Valor Total R\$
Notebook	1	2.500,00	2.500,00
Total			2.500,00

5.2 CUSTEIO

Tabela 2 - Despesas de custeio

Discriminação	Quantidade	Valor Unitário R\$	Valor Total R\$
Resmas de papel tipo A4	3	15,00	45,00
Impressão	-	-	50,00
Silicato tricálcio			420,00
Encadernação	50	84,00	35,00
Total			550,00

As despesas do projeto serão por conta dos acadêmicos que colherão os dados.

REFERÊNCIAS:

ANDRADE, Aline S. *et al.* Tissue Response and Immunoexpression of Interleukin - Promoted by Tricalcium Silicate-based Repair Materials after Subcutaneous Implantation in Rats. **Journal Of Endodontics**, Araraquara, v. 44, n. 3, p.458-463, mar. 2017.

ASGARY, S. M. Parirokh, M.J. Eghbal and F .Brink, **J Endo** 31 (2005) 101. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate.

BELIO-REYES, Irma Araceli *et al.*. Phase Composition of Pro Root Mineral Trioxide Aggregate by X-Ray Powder Diffraction. **Journal of Endodontics**. Mexico, p. 875-878. jun. 2009.

BOSSO-MARTELO, Roberta *et al.* Calcium Silicate-Based Cements Associated with Micro- and Nanoparticle Radiopacifiers: Physicochemical Properties and Bioactivity. **International Scholarly Research Notices**, [s.l.], v. 2015, p.1-7, 2015.

CAMILLERI J, Pitt Ford TR. Mineral trioxide aggregate: a review of the consistent and biological properties of the material. **IntEndo J**. 2006; 39(10): 747-54.

CAMILLERI, J. “The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use,” **IntelEndo J**, vol. 41, no. 2, pp. 151–157, 2008.

CAMILLERI, J. Caracterização de produtos de hidratação do agregado de trióxido mineral. **IntEndo J** 2008; 41: 408-417

CAMILLERI, J. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. **Science Direct**. Malta, p. 836-844. ago. 2011.

CAMILLERI J, Catujar A, Mallia B (2011) Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-end filling material. **Dental Materials** 27:845–854

CAMILLERI J, Sorrentino F, Damidot D (2013) Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. **Dental Materials** 29, 580-93.

COSTA, BC, Campos CN, Duarte MAH, Chaves MGAM, Grizzo LT, Tanomaru-Filho M. Physicochemical analysis of MTA and Portland cement associated with four different radiopacifiers. **Rev. odontol. UNESP**. 2014; 43 (4); 228-235.

CUTAJAR, A. *et al.* Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. **Dental Materials**, [s.l.], v. 27, n. 9, p.879-891, set. 2011.

CORNELIO AL, Rodrigues EM, Salles LP *et al.*. (2017) Bioactivity of MTA Plus, Biodentine and experimental calcium silicate-based cements in human osteoblast-like cells. **International Endodontic Journal** 50, 39–47.

DUARTE MA, Demarchi AC, Yamashita JC, Kuga MC, de Fraga SC (2003) pH and calcium ion release of 2 root-end filling materials. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology** 95, 345–7.

DUDA JG, Losso EM. O uso do agregado de trióxido de mineral (MTA) em odontopediatria. **Arq Odontol**. 2005; 41(1): 93-103.

ESTRELA C, Bammann LL, Estrela CR, Silva RS, Pecora JD (2000) Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. **Brazilian Dental Journal** 11, 3–9.

GUERREIRO-TANOMARU, Juliane Maria *et al.* . Effect of addition of nano-hydroxyapatite on physico-chemical and antibiofilm properties of calcium silicate cements. *J. Appl. Oral Science*, Bauru , v. 24, n. 3, p. 204-210, June 2016 .

HÚNGARO DUARTE MA, de Oliveira El Kadre GD, Vivan RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG (2009) Radiopacity of Portland cement associated with different radiopacifying agents. **J Endod** 35:737–740

LEE, Seung-joun *et al.*. Sealing Ability of a Mineral Trioxide Aggregate for Repair of Lateral Root Perforations. **Journal of Endodontics**. U.s.a., p. 541-544. nov. 1993.

MARCONI, Marina de Andrade e Lakatos, Eva Maria. Metodologia do trabalho científico. 6^a ed. São Paulo, SP: **Atlas**, 2001.

MARCONI, Marina de Andrade e Lakatos, Eva Maria. Fundamentos de metodologia científica. 6^a ed. São Paulo, SP: **Atlas**, 2005.

M. PERARD, J. le Clerc, F. Meary, F. Pérez, S. Tricot-Doleux, and P. Pellen-Mussi, “Spheroid model study comparing the biocompatibility of Biodentine and MTA,” *Journal of Materials Science: **Materials in Medicine***, vol. 24, no. 6, pp. 1527–1534, 2013

PARIROKH, M and Torabinejad, M. “Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review-part III: clinical applications, drawbacks, and mechanism of action,” ***Journal of Endodontics***, vol. 36, no. 3, pp. 400–413, 2010.

GANDOLFI, M. G. Taddei, F. Siboni, E. Modena, G. Ciapetti, and C. Prati, “Development of the foremost light-curable calcium silicate MTA cement as root-end in oral surgery. Chemical physical properties, bioactivity and biological behavior ” ***Dental Materials***, vol. 27, no. 7, pp. e134–e157, 2011.

NEDEL, Wagner Luis; SILVEIRA, Fernando da. Os diferentes delineamentos de pesquisa e suas particularidades na terapia intensiva. ***Revista Brasileira de Terapia Intensiva***, Porto Alegre, v. 3, n. 28, p.256-260, jun. 2016.

P. LAURENT, J. Camps, and I. About, “Biodentine (TM) induces TGF-beta1 release from human pulp cells and early dental pulp mineralization,” ***International Endodontic Journal***, vol. 45, no. 5, pp. 439–448, 2012.

PAPANIKOLAOU PN, Christidi GD, Ioannidis JPA. Comparison of evidence on harms of medical interventions in randomized and nonrandomized studies. *CMAJ*. 2006

PARIROKH M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review - Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. ***J Endod***. 2010;36:16-27.

R. GILLANI, B. Ercan, A. Qiao, and T. J. Webster, “Nanofunctionalized zirconia and barium sulfate particles as bone cement additives,” **International Journal of Nanomedicine**, vol. 5, no. 1, pp. 1–11, 2010.

RIBEIRO DA, Carlin V, Fracalossi AC, Oyama LM. Os radiopacificadores não induzem dano genético em fibroblastos murinos: um estudo *in vitro* . **Int Endod J**. 2009; 42: 987-991.

RODRIGUES, D.C, J. L. Gilbert, and J. M. Hasenwinkel, “Two solution bone cements with cross-linked micro and nanoparticles for vertebral fracture applications: effects of zirconium dioxide content on the material and setting properties,” **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, vol. 92, no. 1, pp. 13–23, 2010.

RUIZ PA. Agregado de Trióxido Mineral (MTA): Uma nova perspectiva em endodontia. **Rev Brasileira de Odontologia**. 2003; 60(1): 33-5.

SANTOS, Silvia R Métodos qualitativos e quantitativos na pesquisa biomédica. **Jornal de pediatria**. Rio de Janeiro, p. 401-406. Jun. 1999.

SLOMPO, Camila *et al.*. Experimental Calcium Silicate-Based Cement with and without Zirconium Oxide Modulates Fibroblasts Viability. **Braz. Dent. J**. 2015, vol.26,n.6 [cited 2018-04-05], pp.587-591

VALLÉS, M., Mercadé, M., Duran-Sindreu, F. et al. **Clin Oral Invest** (2013) 17: 1155

VAZQUEZ-GARCIA, Fernando *et al.*. Effect of Silver Nanoparticles on Physicochemical and Antibacterial Properties of Calcium Silicate Cements. **Braz. Dent. J**. 2016, vol.27, n.5 pp.508-514.

X. LIU, A. Huang, C. Ding, and P. K. Chu, “Bioactivity and cytocompatibility of zirconia (ZrO₂) films fabricated by cathodic arc deposition,” **Biomaterials**, vol. 27, no. 21, pp. 3904–3911, 2006.

XUEREB, M. *et al.*. Development of novel tricalcium silicate-based endodontic cements with sintered radiopacifier phase. **Springer Berlin**, p. 968-982. 20 jul. 2015.

APÊNDICES

APÊNDICE A – TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE ESCLARECIDO-TCLE

Título da Pesquisa: Métodos de dispersão do nano-zircônio ao silicato tricálcico.

Objetivo: Avaliar métodos de dispersão do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato de tricálcico.

Período da coleta de dados: 11/10/2018 a 19/11/2018

Tempo estimado para cada coleta: 24 horas 6 dias

Local da coleta: Setor de engenharia e tecnologia do Iparque - Parque científico e tecnológico da Universidade do Extremo Sul Catarinense.

Pesquisador/Orientador: Anarela Bernardi Vassen **Telefone: (48) 98474-5786**

Pesquisador/Acadêmico: Bruna Ariati/ Liliane Melo **Telefone: (48) 999549256 /**
(48) 99990-5078

9ª fase do Curso de Odontologia da UNESC

O (a) Sr (a) está sendo convidado (a) para participar voluntariamente da pesquisa e objetivo acima intitulados. Aceitando participar do estudo, poderá desistir a qualquer momento, bastando informar sua decisão diretamente ao pesquisador responsável ou à pessoa que está efetuando a pesquisa. Fica esclarecido ainda que, por ser uma participação voluntária e sem interesse financeiro, não haverá nenhuma remuneração, bem como o (a) senhor (a) não terá despesas para com a mesma. Os dados referentes à sua pessoa serão sigilosos e privados, preceitos estes assegurados pela Resolução nº 466/2012 do CNS - Conselho Nacional de Saúde, podendo o (a) senhor (a) solicitar informações durante todas as fases da pesquisa, inclusive após a publicação dos dados obtidos a partir desta. Para tanto, esclarecemos também os procedimentos, riscos e benefícios, a saber:

DETALHES DOS PROCEDIMENTOS QUE SERÃO UTILIZADOS NA PESQUISA
--

Relato de caso: o presente estudo realizará testes com o silicato tricálcico e óxido de zircônio, utilizando equipamentos do IPARQUE.

RISCOS

Não oferece riscos, visto que os testes não são de caráter experimental em humanos.

BENEFÍCIOS

<p>Concluir quais os métodos de dispersão do silicato tricálcico ao óxido de zircônio apresentam melhor radiopacidade.</p>
--

Diante de tudo o que até agora fora demonstrado, declaro que todos os procedimentos metodológicos e os possíveis riscos, detalhados acima, bem como as minhas dúvidas foram devidamente esclarecidos, sendo que para tanto, firmo ao final a presente declaração em duas vias de igual teor e forma ficando na posse de uma e outra sido entregue ao pesquisador responsável.

Em caso de dúvidas, sugestões ou denúncias, favor entrar em contato com o Comitê de Ética em Pesquisa – CEP/UNESC pelo telefone (48) 3431-2723 ou pelo e-mail cetica@unesc.net.

ASSINATURAS

Voluntário/Participante	Pesquisador Responsável
<p>— Assinatura</p>	<p>— Assinatura</p>
<p>Nome: _____</p> <p>CPF: _____._____._____ - ____</p>	<p>Nome: Bruna Ariati e Liliane de Melo Fausto</p> <p>CPF: 077.964.539-14 / 017.539.760.-06</p>

Criciúma (SC), ____ de _____ de 2018.

APÊNDICE B- CARTA DE ACEITE**CARTA DE ACEITE**

Declaramos, para os devidos fins que se fizerem necessários, que concordamos em disponibilizar Setor de engenharia e tecnologia do Iparque - Parque científico e tecnológico da Universidade do Extremo Sul Catarinense, localizada na 4146, Rod.Gov. Jorge Lacerda, 3976- Universitário, Criciúma - SC, para o desenvolvimento da pesquisa intitulada "Métodos de dispersão do nano-zircônio ao silicato Incálcio." sob a responsabilidade do professor(a) responsável Anarela Bernardi Vassen e pesquisador(s) Bruna Arieli e Liliane do Melo Faustodo Curso de graduação em odontologia da Universidade do Extremo Sul Catarinense – UNESC, pelo período de execução previsto no referido projeto.

Professor Me Marcelo Feldhaus
Diretor de Ensino de Graduação

FUCRI - FUNDAÇÃO EDUCACIONAL DE CRICIÚMA (MANTENEDORA)

Avenida Universitária, 1105 - Bairro Universitário - Cx. Postal 3167 - Fone: (0**48) 3431-2500 - Fax: (0**48) 3431-2750 - CEP 88806-000 - CRICIÚMA - SC.
Cid. 4052 <http://www.unesc.net>

APÊNDICE C- SUBMISSÃO AO CEP

UNIVERSIDADE DO EXTREMO
SUL CATARINENSE - UNESC



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: MÉTODOS DE DISPERSÃO DA NANO-ZIRCÔNIA AO SILICATO TRICÁLCICO

Pesquisador: ANARELA BERNARDI VASSEN

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 00515618.2.0000.0119

Instituição Proponente: Universidade do Extremo Sul Catarinense

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 2.970.370

Apresentação do Projeto:

Resumo:

A utilização de um agente radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato é fundamental para torná-lo suficientemente radiopaco e visível radiograficamente. Esta característica é essencial para seu uso clínico. A radiopacidade dos cimentos endodônticos deve seguir a Norma ANSI/ADA

Standard No 57 - Endodontic Sealing Materials (2012), sendo que a dispersão do radiopacificador ao cimento é uma etapa importante que pode

interferir nas suas propriedades. O objetivo desse estudo será avaliar métodos de dispersão do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato

tricálcico através da dispersão manual, agitação eletromagnética e moinho de alta energia com esferas de zircônio por meio de microscopia

eletrônica de varredura e teste de radiopacidade ADA.

Introdução

Os cimentos hidráulicos à base de silicato são muito utilizados como materiais de reparo de tecidos pulpaes ou apicais por sua bioatividade na

Endodontia (CAMILLETTI et al., 2013; CORNÉLIO et al., 2017). Apresentam propriedades físico-químicas satisfatórias que estimulam o reparo

tecidual e proporcionam um ambiente antimicrobiano (ESTRELA et al., 2000; DUARTE et al., 2003).

Endereço: Avenida Universitária, 1.105

Bairro: Universitário

CEP: 88.806-000

UF: SC

Município: CRICIUMA

Telefone: (48)3431-2608

E-mail: cepic@unesc.net

Continuação do Parecer: 2.670.370

Dentre os cimentos hidráulicos à base de silicato, o agregado trióxido mineral (MTA) é o mais pesquisado (CAMILLERI et al., 2005). O MTA apresenta-se como um pó hidrofílico composto basicamente por cimento Portland, sendo 68% de silicato tricálcico (3T) (BELÍO-REYES; BUCIO; CRUZ-CHAVEZ, 2009; CAMILLERI et al., 2011), além de outras substâncias (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993; S.ASGARY et al., 2006; PARIROKH; TORABINEJAD, 2010) como o radiopacificador óxido de bismuto (PARIROKH; TORABINEJAD, 2010) que adicionado o torna suficientemente radiopaco e visível radiograficamente. Porém, além de interferir negativamente na solubilidade, pH e tempo de presa (GUERREIRO-TANOMARU et al., 2016; PARIROKH; TORABINEJAD, 2010) causa manchamento dentário (VALLÉS et al., 2013; CAMILLERI et al., 2014), desta maneira outras substâncias radiopacas estão sendo incorporadas com esta finalidade, como o óxido de zircônio (CUTAJAR et al., 2011). O óxido de zircônio é proveniente de um mineral raro denominado badleita (MERCK INDEX 1996). A ligação iônica é composta por oxigênio combinado com um metal no caso o zircônio e sua fórmula química é ZrO_2 (PERUZZO; CANTO, 2005). O ZrO_2 é intensamente pesquisado nas últimas décadas e tornou-se um material muito importante e versátil, com diferentes aplicações tecnológica em diversos setores industriais (SOUZA et al., 2005) e na Odontologia (KHALI et al., 2016). O ZrO_2 tem sido um material de escolha utilizado como radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato (KHALI et al., 2016; XUEREB et al., 2015) devido ao seu alto peso atômico do zircônio (91,224) (PERUZZO; CANTO, 2005). As partículas de ZrO_2 adicionadas aos cimentos hidráulicos a base de silicato podem ser encontradas em tamanho micrométrico (BOSSO-MARTELO et al., 2015) e nanométrico (GILLANI et al., 2010; RODRIGUES et al., 2010). A utilização de partículas nanométricas demonstraram biocompatibilidade e citocompatibilidade (LIU et al., 2006), melhorando as propriedades mecânicas e físicas dos materiais do cimento endodôntico à base de silicato (GILLANI et al., 2010; RODRIGUES et al., 2010). Uma boa dispersão do radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato é fundamental para que se obtenha uma boa radiopacidade. Na literatura

Endereço: Avenida Universitária, 1.105

Bairro: Universitário

CEP: 88.806-000

UF: SC

Município: CRIÇUMA

Telefone: (48)3431-2608

E-mail: catice@unesc.net

Continuação do Parecer: 2.970.370

não há relatos se há interferência dos métodos de dispersão na radiopacidade do material. Este trabalho tem como objetivo avaliar métodos de dispersão do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato tricálcico.

Objetivo da Pesquisa:

Objetivo Primário:

Avaliar métodos de dispersão do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato de tricálcico.

Objetivo Secundário:

* Avaliar o método de dispersão manual do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato de tricálcico através do MEV e teste de radiopacidade

ANSIADA;* Avaliar o método de dispersão por agitador magnético do radiopacificador óxido de zircônio ao silicato de tricálcico através do MEV e teste de radiopacidade ANSIADA;* Avaliar o método de dispersão através de moinho de alta energia com esferas de zircônio do radiopacificador

óxido de zircônio ao silicato de tricálcico através do MEV e teste de radiopacidade ISO.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Riscos:

Nenhum método ser eficaz na dispersão do óxido de zircônio ao silicato tricálcico.

Benefícios:

Demonstrar opções de métodos para dispersão do óxido de zircônio ao silicato tricálcico.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

A pesquisa é relevante e está bem estruturada

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

o projeto apresenta todos os termos de apresentação obrigatória

Recomendações:

Não há recomendações

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

O projeto é laboratorial não teria necessidade de passar pelo comitê de ética mas como os periódicos com qualis diferenciados muitas vezes necessitam do número de aprovação no comitê de ética, desconsidero alguns itens que são absolutamente desnecessários.

Não há lista de pendências ou inadequações

Considerações Finais a critério do CEP:

Endereço: Avenida Universitária, 1.105

Bairro: Universitário

CEP: 88.806-000

UF: SC Município: CRICIUMA

Telefone: (48)3431-2805

E-mail: etica@unesc.net

Continuação do Parecer: 2.670.370

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PE_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_1216048.pdf	05/10/2018 16:18:05		Aceito
Outros	Carta_aceite.pdf	05/10/2018 16:17:49	ANARELA BERNARDI VASSEN	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	ProjetoFinal.docx	05/10/2018 16:17:34	ANARELA BERNARDI VASSEN	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	TCLE.pdf	05/10/2018 16:17:24	ANARELA BERNARDI VASSEN	Aceito
Folha de Rosto	FolhaRosto.pdf	17/09/2018 18:59:25	ANARELA BERNARDI VASSEN	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

CRICIUMA, 18 de Outubro de 2018

Assinado por:
RENAN ANTONIO CERETTA
(Coordenador(a))

Endereço: Avenida Universitária, 1.105

Bairro: Universitário

CEP: 88.806-000

UF: SC

Município: CRICIUMA

Telefone: (48)3431-2006

E-mail: celice@unesc.net

APÊNDICE D- NORMA ANSI/ADA

ANSI/ADA Standard No. 57
Reaffirmed by ANSI: August 2012



American National Standard/
American Dental Association

Standard No. 57

Endodontic Sealing Materials

Modified adoption of ISO 6876:2000, *Dental root canal sealing materials*.

ADA American
Dental
Association®
Council on
Scientific Affairs

2000

3. REQUIREMENTS

3.1 General

All endodontic materials within the scope of the specification shall meet the following general requirements.

3.1.1 Materials

Materials shall be constituted from quality ingredients free from impurities. All ingredients shall be uniformly distributed.

3.1.2 Sterility

The components as supplied or the material as applied in clinical practice shall neither sustain nor enhance the growth of microorganisms when tested by United States Pharmacopoeia standards, Section 71, Sterility Test of General Tests and Assays.

3.2 Physical Properties

3.2.1 Flow

When determined in accordance with Clause 5.4, each disc shall have a diameter not less than 20 mm.

3.2.2 Working Time

The minimum working time of a sealer, when determined by the method described in Clause 5.5 shall be not less than 90% of the working time stated by the manufacturer. This test applies only to sealers having a working time of less than 30 minutes.

3.2.3 Setting Time

The setting time of a sealer, when determined by the method described in Clause 5.6, shall be within 10% of that stated by the manufacturer. For sealers having a setting time greater than 30 minutes and up to 72 h, for which the manufacturer quotes a time range, the setting time measured shall be within the range stated by the manufacturer.

3.2.4 Film Thickness

Sealers shall have a film thickness of not more than 50 μm when tested in accordance with Clause 5.7.

3.2.5 Dimensional Change Following Setting

The mean linear shrinkage of the sealer, measured in accordance with the method set out in Clause 5.8, shall not exceed 1% or 0.1% in expansion.

3.2.6 Solubility

The solubility of the set material, when determined in accordance with Clause 5.9, shall not exceed 3% by mass.

3.2.7 Radiopacity

When tested in the manner described in Clause 5.10, all materials shall show a radiopacity not less than that equivalent to 3 mm of aluminum.

4. SAMPLING AND INSPECTION

4.1 Sampling

The sample shall consist of one or more retail packages from the same batch, containing sufficient sealer to carry out the specified tests, plus an allowance for repeats, if necessary.

**BRUNA ARIATI DE SOUZA DAMOS
LILIANE DE MELO FAUSTO**

**O EFEITO DE MÉTODOS DE DISPERSÃO DO ÓXIDO DE ZIRCÔNIA MICRO E
NANOMÉTRICO AO SILICATO TRICÁLCIO FRENTE A RADIOPACIDADE.**

Trabalho de Conclusão de Curso aprovado pela Banca Examinadora para obtenção do Grau de bacharel, no Curso de Odontologia da Universidade do Extremo Sul Catarinense, UNESC, com Linha de Pesquisa em Nanotecnologia e Agregado de Trióxido Mineral (MTA).

Criciúma, 27 de novembro de 2018.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Anarela Vassen Bernardi - Professora do Curso de Graduação e Pós-graduação em Odontologia da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil. Doutoranda pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. Mestra e Especialista em Endodontia pela Universidade Federal de Santa Catarina – Orientadora.

Prof. Oscar Rubem Klegues Montedo -Professor de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais e Graduação no Curso de Engenharia Química. da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil. Pós-doutorado em na Friedrich-Alexander-Universität-Erlangen-Nurnberg e na Universidade Federal de Santa Catarina, Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Santa Catarina, Mestre em Engenharia Química pela Universidade Federal de São Carlos. – (Universidade do Extremo Sul Catarinense).

Prof. Marlowa Marcelino Crema - Professora do Curso de Graduação e Pós-graduação em Odontologia da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil, Doutoranda pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. Mestra e Especialista em Endodontia. - (Universidade do Extremo Sul Catarinense).

Prof. Renan Antônio Ceretta - Professor do Curso de Graduação e Pós-graduação em Odontologia, Doutor e Mestre em Ciências da Saúde da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil, e Especialista em Endodontia Universidade Federal de Santa Catarina, UFSC, Brasil. - (Universidade do extremo Sul Catarinense).

“Se você quer ser bem-sucedido, você precisa ter dedicação total, buscar seu último limite e dar o melhor de si”

Ayrton Senna

ARTIGO: VERSÃO EM PORTUGUÊS

O efeito de métodos de dispersão do óxido de zircônia micro e nanométrico ao silicato tricálcico frente a radiopacidade

The effect of micro and nanometric zirconium oxide homogenization methods on tricalcium silicate in radiopacity

Liliane de Melo Fausto¹
Bruna Ariati Souza Damos¹
Oscar Rubem Klegues Montedo²
Marlowa Marcelino Crema³
Patrícia Maria Poli Móra Kopper⁵
Anarela Vassen Bernardi³

Vinculação do artigo

Curso de Odontologia. Universidade do Extremo Sul Catarinense-Criciúma-SC

Endereço para correspondência

Anarela Bernardi Vassen
Curso de Odontologia –Universidade do Extremo Sul Catarinense
Av. Universitária, 1105
Criciúma – SC – Bairro Universitário
CEP – 88806-000
Email: anarela.bernardi@hotmail.com

* Artigo formatado conforme normas do **Dental Materials** (Formatação versão 2018).

¹Graduanda do Curso de Odontologia da Universidade Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil.

²Professor de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais e Graduação no Curso de Engenharia Química da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil. Pós- doutorado em na Friedrich-Alexander-Universität-Erlangen-Nurnberg e na Universidade Federal de Santa Catarina, Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Santa Catarina, Mestre em Engenharia Química pela Universidade Federal de São Carlos.

³Professora do Curso de Graduação e Pós-graduação em Odontologia da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil, Mestra e Especialista em Endodontia.

⁴Professora do Curso de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. Doutora, Mestra e Especialista em Endodontia.

RESUMO

Objetivo

A utilização de um agente radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato é fundamental para torná-lo suficientemente radiopaco e visível radiograficamente. Esta característica é essencial para seu uso clínico.

Métodos

Os métodos de dispersão do radiopacificador óxido de zircônia ao silicato tricálcico, através da dispersão manual e moinho de alta energia com microesferas de zircônio e análise por meio de microscopia eletrônica de varredura, análise radiográfica e teste de radiopacidade ANSI/ADA.

Resultados

O método de dispersão através do moinho de alta energia é eficiente para mistura de radiopacificadores ao cimento a base de silicato.

A utilização de 25% de nano-ZrO₂ ao silicato tricálcico conferiu a radiopacidade exigida pela norma da ANSI/ADA.

Significância

Há relação entre os métodos de dispersão dos materiais e a radiopacidade exigida

Palavras-chave: Silicato Tricálcico, Óxido de zircônio, Endodontia.

1. INTRODUÇÃO

Os cimentos hidráulicos a base de silicato, são muito utilizados como materiais de reparo de tecidos pulpares ou apicais por sua bioatividade na Endodontia ^{1,2)}. Apresentam propriedades físico-químicas satisfatórias que estimulam o reparo tecidual e proporcionam um ambiente antimicrobiano ^{3,4)}

Dentre os cimentos hidráulicos a base de silicato, o agregado trióxido mineral (MTA) é o mais pesquisado ⁵⁾.

O MTA apresenta-se como um pó hidrofílico composto basicamente por cimento Portland, sendo 68% de silicato tricálcico (ST) ^{6,7)}, além de outras substâncias ^{8,9,10)} como o radiopacificador óxido de bismuto ¹⁰⁾ que adicionado o torna suficientemente radiopaco e visível radiograficamente. Porém, além de interferir negativamente na solubilidade, pH e tempo de presa ^{10,11)} causa manchamento dentário ^{12,13)}, desta maneira outras substâncias radiopacas estão sendo incorporadas com esta finalidade, como o óxido de zircônia ¹⁴⁾.

O óxido de zircônia é proveniente de um mineral raro denominado badileíta ¹⁵⁾. A ligação iônica é composta por oxigênio combinado com um metal no caso a zircônia e sua fórmula química é ZrO_2 ¹⁶⁾. O ZrO_2 é intensamente pesquisado nas últimas décadas e tornou-se um material muito importante e versátil, com diferentes aplicações tecnológica em diversos setores industriais e na Odontologia ¹⁷⁾. O ZrO_2 tem sido um material de escolha utilizado como radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato ^{17,18)} devido ao seu alto peso atômico (91,224) ¹⁶⁾.

As partículas de ZrO_2 adicionadas aos cimentos hidráulicos a base de silicato podem ser encontradas em tamanho micrométrico ¹⁹⁾ e nanométrico ^{20,21)}. A utilização de partículas nanométricas demonstraram biocompatibilidade e citocompatibilidade ²²⁾, melhorando as propriedades mecânicas e físicas dos materiais do cimento endodôntico a base de silicato ^{20,21)}.

Uma boa dispersão do radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato é fundamental para que se obtenha uma boa radiopacidade.

Este trabalho tem como objetivo de avaliar o efeito de métodos de dispersão do em óxido de zircônia nano e micrométrico ao silicato tricálcico frente a radiopacidade.

2. REVISÃO

Os cimentos hidráulicos a base de silicato têm sido utilizados em Endodontia devido a sua propriedade bioativa ^{23,24,25,26)} que promove uma interação com o sistema biológico

estimulando a formação de tecido reparador e induzindo a mineralização²⁷⁾. Mediante a esta propriedade tem sido utilizado em capeamento pulpar, pulpotomia, perfuração e reabsorção radicular, material retro obturador em cirurgias para-endodônticas²⁸⁾ e em tratamentos de dentes despulpados com rizogênese incompleta como tampão apical.

O agregado trióxido mineral (MTA) é o mais pesquisado até o momento. O MTA é composto principalmente pelo clínquer de cimento Portland^{29,30)} que é constituído em torno de 68% pelo principal e mais reativo componente, o silicato de tricálcico^{6,7,19)}. Além do silicato tricálcico (ST)^{6,7)} existem outros componentes^{8,9,10)} como o radiopacificador óxido de bismuto¹⁰⁾. Outros materiais radiopacificadores têm sido propostos, como o iodofórmio, óxido de zinco, óxido de chumbo, sub-nitrato de bismuto, carbonato de bismuto, tungstato de cálcio³¹⁾ e o óxido de zircônia²⁶⁾.

A especificação nº 57 da ANSI/ADA (2012) recomenda que um material endodôntico apresente radiopacidade mínima de 3 mm Equivalente ao Alumínio³²⁾.

Os radiopacificadores são adicionados, para melhorar radiopacidade e tornar estes materiais facilmente distinguíveis de estruturas anatômicas em uma radiografia¹⁾. A radiopacidade de uma substância depende da sua densidade física e do seu número atômico^{33,34)}.

O óxido de zircônia (ZrO₂) é um radiopacificador intensamente pesquisado nas últimas décadas e tornou-se um material muito importante e versátil, com diferentes aplicações tecnológica em diversos setores industriais e na Odontologia¹⁷⁾. É proveniente de um mineral raro denominado badileíta¹⁵⁾, apresenta-se como um pó branco biocompatível e não tóxico³⁵⁾. A ligação iônica é composta por oxigênio combinado com um metal a zircônia e sua fórmula química é ZrO₂¹⁶⁾.

O ZrO₂ tem sido um material de escolha utilizado como radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato^{17,18)} atuando como um material inerte que não reage com os subprodutos da hidratação³⁶⁾ devido ao alto peso atômico (91,224)¹⁶⁾.

Um exemplo disponível comercialmente de cimento a base de silicato que utiliza ZrO₂ é o Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-Fosses, França) que foi desenvolvido com indicações semelhantes ao MTA^{31,37)}.

As partículas de ZrO₂ podem ser encontradas aos cimentos endodônticos em tamanho micrométrico e nanométrico¹⁸⁾ e em cimentos de reparação óssea^{20,21)}. As micropartículas de ZrO₂ evidenciam um potencial bioativo³⁸⁾, já as partículas nanométricas demonstraram biocompatibilidade e citocompatibilidade²²⁾ melhorando as propriedades mecânicas e físicas^{20,21)}.

Cutajar¹⁴⁾ demonstrou resultado comparável ao ProRoot MTA do ZrO₂ micrométrico como radiopacificador quando misturado ao cimento Portland na proporção de 30%.

Tanomaru³³⁾ demonstrou que a associação de ZrO₂ ao MTA resultou em adequada radiopacidade, resistência à compressão, tempo de presa, absorção de água, solubilidade e sorção. A adição de 30% de ZrO₂ microparticulado não afetou a hidratação e originou um cimento bioativo com propriedades semelhantes ao MTA, podendo considerar o ZrO₂ microparticulado uma alternativa como agente radiopacificador em substituição ao óxido de bismuto, fornecendo propriedades físico-químicas, mecânicas e biológicas aos cimentos à base de silicato ^{39,40)}.

Andrade⁴¹⁾ comprovou a bioatividade induzida por cimento experimental de silicato tricálcico com 20% de óxido de zircônia microparticulado.

A dispersão do pó do cimento ao radiopacificador é fundamental para extrairmos as melhores características desta propriedade.

Na indústria existem métodos de processamento de materiais com intuito de dispersá-los.

Os moinhos de alta energia consistem em equipamentos capazes de misturar pós elementares. Os pós são misturados nas devidas proporções, as quais se desejam, e colocados em um jarro acoplado no moinho. Ocorre então, o processamento em um período de tempo estimado, ⁴²⁾, os pós são submetidos à moagem de alta energia em um moinho do tipo atritor, em baixa velocidade para obtenção de uma mistura homogênea ⁴³⁾. Dessa maneira, para a mistura dos pós ficar eficiente é necessário impor uma energia suficientemente capaz de promover a desaglomeração das partículas e a homogeneização dos materiais ⁴⁴⁾.

Na literatura não há relatos do efeito dos métodos de dispersão dos componentes do cimento a base de silicato.

Este estudo comparou o método manual ao uso de moinho de alta energia na dispersão do radiopacificador óxido de zircônia ao silicato tricálcico.

3. MATERIAIS E MÉTODOS:

3.1 MATERIAIS:

Para o presente estudo foram utilizados os materiais abaixo:

- Silicato Tricálcico (Mineral Research Processing, Meyzieu, França);
- Óxido de nano-zircônia (Tosoh, série TZ-3Y-E, Cidade de Grove, EUA);
- Óxido de micro-zircônia (Triarte, lote 1312-18/52, Capela do Socorro-SP);
- Biodentine™ (Septodont, Saint-Maur-des-fossés Cedex, França).

3.2 MÉTODOS

Os grupos experimentais foram divididos em duas etapas.

Primeira etapa: análise dos métodos de dispersão dos grupos manual e moinho de alta energia através da análise em MEV antes da hidratação e análise radiográfica de corpos de prova hidratados.

Tabela 1 – Grupos experimentais:	
GRUPO	MATERIAL
1	Biodentine (Controle)
2	Manual ST + 15% de micro-ZrO ₂
3	<i>Moinho</i> ST + 15% de micro-ZrO ₂
4	Manual ST + 25% de micro -ZrO ₂
5	<i>Moinho</i> ST + 25% de micro -ZrO ₂
6	Manual ST + 15% de nano -ZrO ₂
7	<i>Moinho</i> ST + 15% de nano -ZrO ₂
8	Manual ST + 25% de nano -ZrO ₂
9	<i>Moinho</i> ST + 25% de nano-ZrO ₂

Após, foi realizada avaliação descritiva das dispersões por dois examinadores experiente entre os grupos de silicato tricálcico + micro-ZrO₂ e silicato tricálcico + nano-ZrO₂ nas diferentes concentrações (tabela acima) através do MEV e análise radiográfico. Desta forma, foram selecionados os grupos abaixo para avaliação da radiopacidade dos cimentos através dos pós hidratados.

Tabela 2 – Grupos experimentais radiopacidade:	
GRUPO	MATERIAL
1	Biodentine (Controle)
3	<i>Moinho</i> ST + 15% de micro -ZrO ₂
5	<i>Moinho</i> ST + 25% de micro-ZrO ₂
7	<i>Moinho</i> ST + 15% de nano-ZrO ₂
9	<i>Moinho</i> ST + 25% de nano-ZrO ₂

***Os grupos acima foram hidratados**

As amostras dos grupos acima, foram submetidos ao teste de radiopacidade proposto por ANSI/ADA American National Standard/ American Dental Association, Standard n°57 Endodontic Sealing Materials (2012).

3.3 MÉTODO MANUAL

Foram utilizados 5 gramas dos componentes de acordo com cada grupo (TABELA 1), exceto o controle que foi utilizado de acordo com o fabricante. Os pós foram acomodados em um vidro de relógio para pesagem em balança semi-analítica Shimadzu AUY220 (precisão de 0,0001 g; Japão), após transferidos para uma placa de vidro lisa para dispersão manual por 1 minuto com a utilização de uma espátula de metal. Este procedimento foi repetido separadamente para cada grupo.

3.4 MÉTODO DE DISPERSÃO ATRAVÉS DO MOINHO DE ALTA ENERGIA

Foram utilizados os componentes de acordo com cada grupo (TABELA 1), exceto o controle que foi utilizado de acordo com o fabricante.

A dispersão foi realizada por via úmida usando-se esferas no moinho de alta energia Retsch modelo PM 100 (Alemanha).

O pó (5g) foi acomodado em béquer de plástico para a pesagem balança semi-analítica Shimadzu AUY220 (precisão de 0,0001 g; Japão). Após, transferido para um jarro revestido no seu interior de ZrO_2 (capacidade 500 ml), misturando o 5g de silicato tricálcico com microesferas de zircônia de tamanho de 0,3- 0,4mm (30 gramas) para potencializar a dispersão. Em seguida, foi adicionado 5 gramas de álcool isopropílico como meio no processo de dispersão ⁴⁵⁾. O conjunto foi levado ao moinho Planetário de esferas Retsch PM 100 (Alemanha); de alta energia com 200RPM durante 5 minutos. O conteúdo então foi passado por uma peneira de análise granulométrica (ABERT. Em 125 mm ABNT 120 e TYLER/MESH 115 8''X2'') para separação das microesferas de zircônia com auxílio de álcool isopropílico e espátula de metal. A secagem foi realiza em estufa Cienlab modelo CE-220/100 (Brasil), por 24h a 60°C.

Após, os pós dispersos de acordo com cada grupo tiveram sua microestrutura analisada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), incluindo o grupo controle.

3.5 MEV

As amostras de cada grupo (TABELA 1) foram fixadas em suportes metálicos (stubs) com fita dupla face de carbono. Após esta etapa, o stub foi acoplado ao Sample Holder que foi

inserido no equipamento, gerando imagens da amostra (micrografias) através do microscópio. As superfícies analisadas e as áreas representativas da amostra foram obtidas com magnificação 10.000x através de microscópio eletrônico de varredura, modelo Zeiss EVO MA10 (Inglaterra)

Para análise da dispersão dos pós foram feitas imagens geradas por elétrons retro espalhados, obtidos pelo detector BSE (Back Scattering Electrons) instalado no MEV e comparações entre os grupos de acordo com a (TABELA1).

Este detector identifica os elementos de diferentes pesos atômicos. Na imagem obtida, as regiões com tons mais claros representam predominância de elementos de maior peso atômico, enquanto que as regiões mais escuras são majoritariamente formadas por elementos de menor peso atômico.

Foi realizada análise descritiva por examinador experiente das dispersões entre os grupos de silicato tricálcico + micro-ZrO₂ e silicato tricálcico + nano-ZrO₂ em diferentes concentrações.

A avaliação da dispersão das partículas de óxido de zircônia foi realizada nas amostras em pó (antes da hidratação).

3.6 ANÁLISE RADIOGRÁFICA

O grupo controle foi hidratado de acordo com as orientações do fabricante, os demais grupos (TABELA 1) numa proporção pó/água destilada (1g de pó para 0,35 ml) com o auxílio de uma micropipeta mono canal de volume variável (Digipet, Curitiba, PR, Brasil). O pó foi incorporado à água destilada aos poucos, com a ajuda de uma espátula metálica flexível número 24 (SS White/Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) sobre uma placa de vidro lisa e limpa. O cimento foi introduzido no molde (1 mm de altura por 10 mm de diâmetro interno), com o auxílio de uma porta-MTA (Ângelus, Londrina, PR, Brasil) e um calcador endodôntico (SS White/Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), sendo levados à estufa Cienlab modelo CE-220/100 (Brasil) a 37 °C e 100% de umidade relativa do ar por 72h.

Foram obtidas imagens radiográficas digitais dos corpos de prova (n=3) de acordo com a TABELA 1, utilizando placas de fósforo Scan-X Duo (AIR TECHNIQUES) irradiadas pelo aparelho de raios-X (Spectro 70x, Dabi Atlante, Brasil) com a distância foco-objeto de 30 cm e tempo de exposição de 0,1. As radiografias foram examinadas por avaliador experiente de acordo com aplicabilidade clínica da “textura” radiográfica apresentada.

3.7 RADIOPACIDADE

A análise de radiopacidade foi realizada somente nos grupos selecionados da TABELA 2 hidratados.

Para o preparo dos corpos-de-prova (n=3) foram realizadas pesagens dos pós em balança semi-analítica eletrônica de precisão Shimadzu AUY220 (precisão de 0,0001 g; Japão), de acordo (TABELA 2).

Após a manipulação com água destilada na proporção supracitada na metodologia do análise radiográfico (exceto o grupo controle que foi de acordo com o fabricante), os materiais foram inseridos em anéis de borracha medindo 1 mm de altura por 10 mm de diâmetro interno, sendo levados à estufa a 37 °C e 100% de umidade relativa do ar por 72 h.

Placas de fósforo Scan-X Duo (AIR TECHNIQUES) foram usadas para obter as radiografias de cada grupo. Cada corpo-de-prova foi colocado sobre a placa de fósforo, juntamente com um penetrômetro de alumínio com espessura variando de 1 a 7 mm, em degraus uniformes de 1 mm, e irradiados com um aparelho de raios-X (Spectro 70x, Dabi Atlante, Brasil) com a distância foco-objeto de 30 cm e tempo de exposição de 0,1.

As imagens geradas foram gravadas em computador e analisadas por *software* (Image J, EUA). Na análise, foi selecionada uma área igual em todos os corpo-de-prova obtida uma média dos valores de tons de cinza da imagem, representando a densidade radiográfica.

Este valor foi comparado com a imagem da escala de alumínio e, por linha de tendência linear, foi possível determinar a radiopacidade do material em mmAl.

4. RESULTADOS

Na primeira etapa do estudo para análise dos métodos de dispersão dos grupos manual e moinho de alta energia foi realizada a análise dos pós dispersados através do MEV. No segundo momento, foram utilizadas as imagens radiográficas.

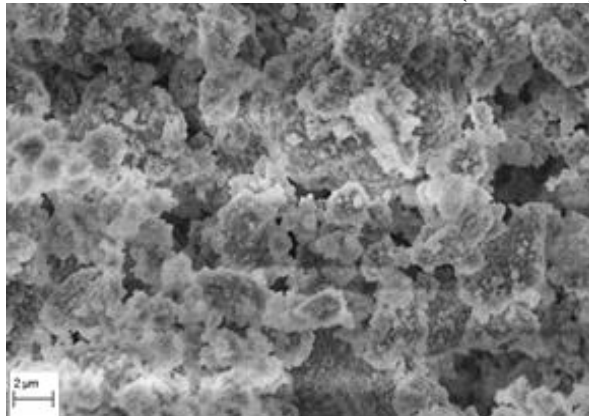
Os grupos experimentais foram comparados utilizando o Grupo 1- Controle Biodentine, e Grupos com mesma concentração, mas técnicas de dispersão diferentes (manual e moinho).

As imagens por MEV dos pós dispersados foram feitas para avaliar a dispersão das partículas de zircônia (micro e nanométrica) no pó de ST.

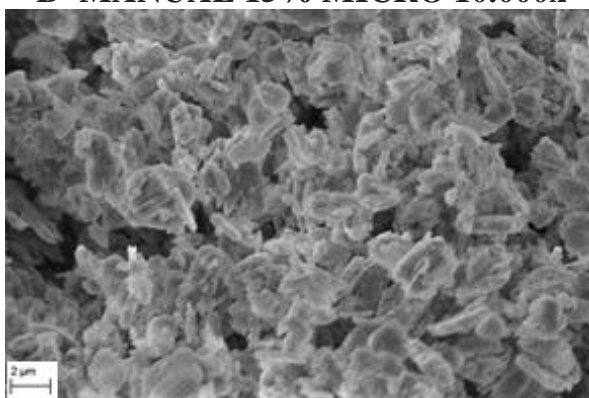
Os grupos da TABELA 1 estão expostos abaixo:

4.1 ANÁLISE EM MEV:

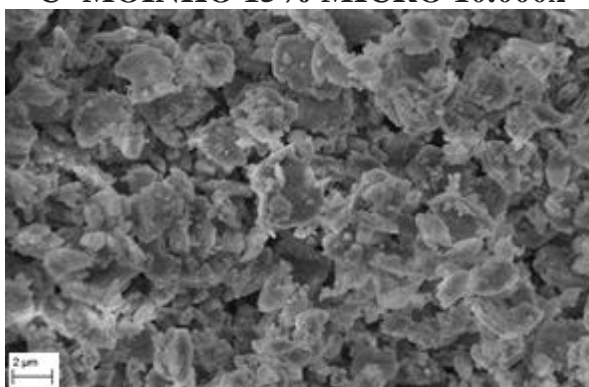
A-BIODENTINE PÓ 10.000x (controle)



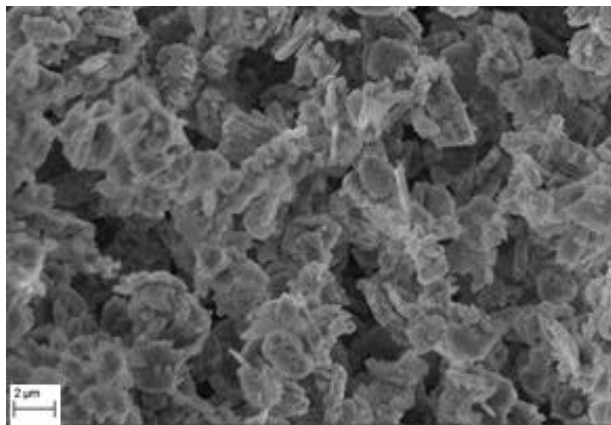
B- MANUAL 15% MICRO 10.000x



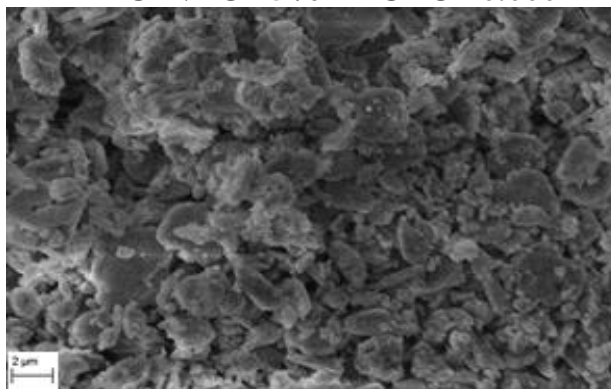
C- MOINHO 15% MICRO 10.000x



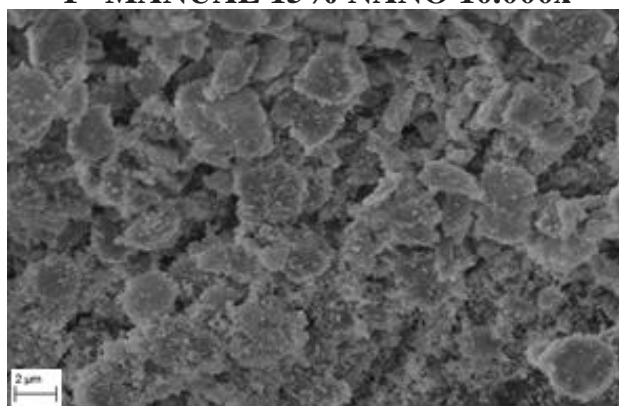
D- MANUAL 25% MICRO 10.000x



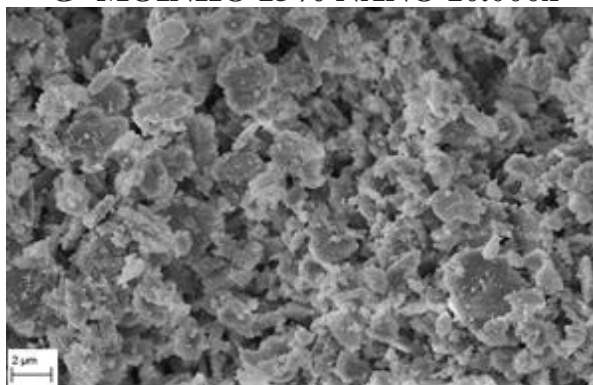
E- MOINHO 25% MICRO 10.000x



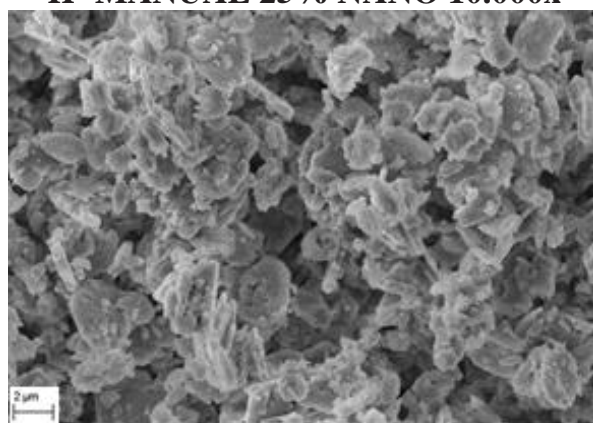
F- MANUAL 15% NANO 10.000x



G- MOINHO 15% NANO 10.000x



H- MANUAL 25% NANO 10.000x



I-MOINHO 25% NANO 10.000x

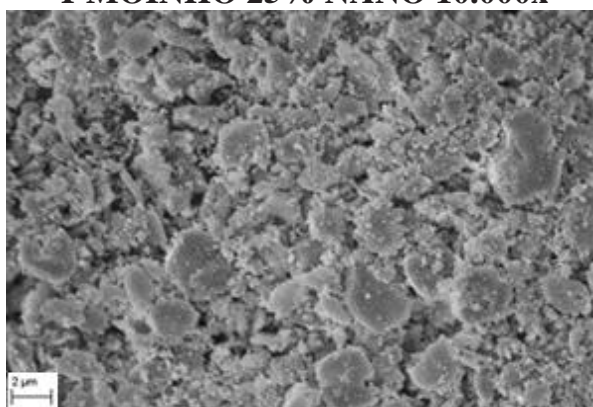


Fig. 1 – Micrografia do grupo controle e pós de silicatos com radiopacificadores, obtida por MEV operando na magnificação de 10.000x.

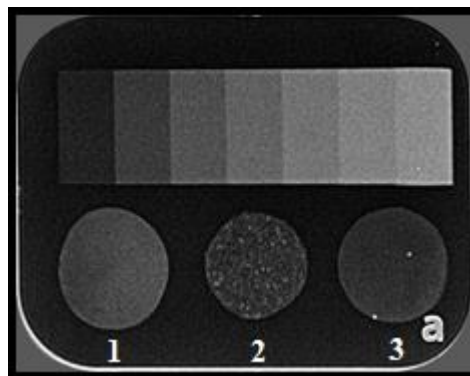
Após análise das imagens de MEV, os grupos dispersados manualmente ou com auxílio do moinho, independente do teor de adição do óxido de zircônia micrométrica (15% e 25%), mostra que a distribuição de partículas é muito similar.

Entretanto, quando se comparam os grupos obtidos a partir do óxido de zircônia nanométrico, as imagens de MEV mostram maior homogeneidade para as amostras obtidas por moinho em comparação as obtidas manualmente, para os dois teores (15% e 25%) de óxido de zircônia testado.

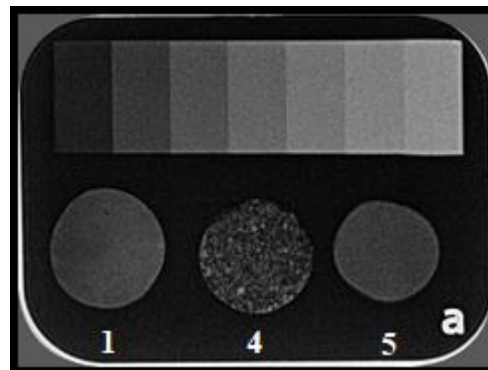
Pós nanométricos apresentam elevada área superficial específica em relação os pós de tamanho micrométrico. Isto faz com estes pós de tamanho nanométrico tenham maior tendência à aglomeração, por causa da elevada energia de superfície em relação aos pós micrométricos. Desta forma, o estudo mostrou que o moinho, nas condições de operação empregadas, conseguiu reduzir esta tendência à aglomeração das partículas nanométricas, levando a melhor dispersão no material.

4.2 ANÁLISE RADIOGRÁFICA:

Em todos os grupos analisados, a utilização do moinho como meio de dispersão tornou visualmente a textura do corpo de prova mais adequada para utilização clínica.



**Fig. 1: Grupo 1- Controle Biodentine, Grupo 2 - Manual ST + 15% de micro-ZrO₂
3 - Moinho ST + 15% de micro-ZrO₂**



**Fig. 2: Grupo 1- Controle Biodentine, Grupo 4 - Manual ST + 25% de micro -ZrO₂,
Grupo 5 - Moinho ST + 25% de micro -ZrO₂**

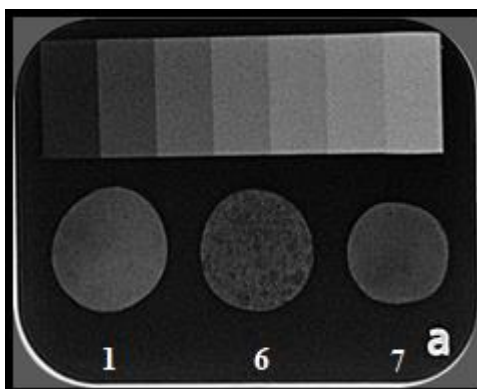


Fig. 3: Grupo 1- Controle Biodentine, Grupo 6 - Manual ST + 15% de nano -ZrO₂, Grupo 7 - Moinho ST + 15% de nano -ZrO₂

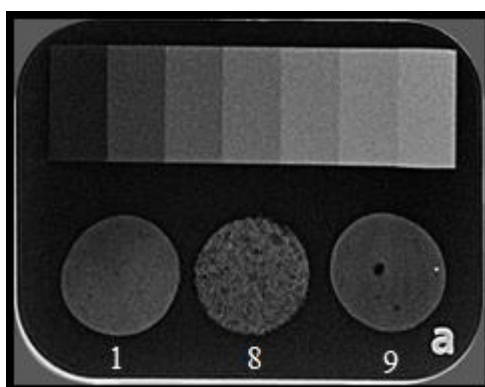


Fig. 4: Grupo 1- Controle Biodentine, Grupo 8 - Manual ST + 25% de nano -ZrO₂, Grupo 9 - Moinho ST + 25% de nano-ZrO₂

4.3 RADIOPACIDADE:

Os testes de radiopacidade apresentaram uma média dos valores de tons de cinza da imagem, representando a densidade radiográfica. Este valor foi comparado com a imagem da escala de alumínio e, por linha de tendência linear, foi possível determinar a radiopacidade do material em mmAl.

Tabela 3 – Grupos experimentais radiopacidade	mmAl
Grupo 1 - Controle	3,3188675
Grupo 3 - Moinho ST + 15% de micro-ZrO ₂ ,	2,4582765
Grupo 5 - Moinho ST + 25% de micro -ZrO ₂ ,	2,0897706
Grupo 7 - Moinho ST + 15% de nano -ZrO ₂ ,	2,2479851
Grupo 9 - Moinho ST + 25% de nano-ZrO ₂	3,0384386

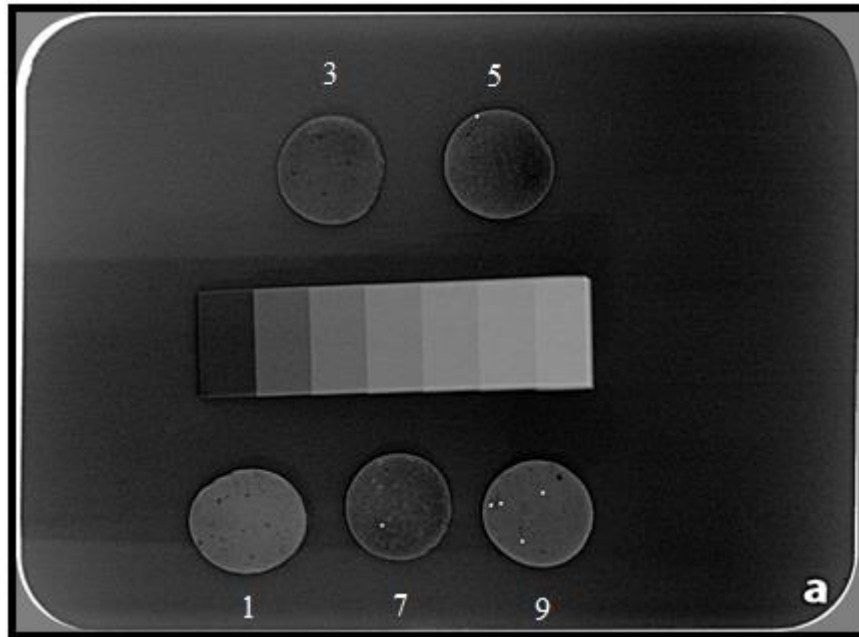


Fig. 5: Grupo 1- Controle Biodentine, Grupo 3 - Moinho ST + 15% de micro-ZrO₂, Grupo 5 - Moinho ST + 25% de micro -ZrO₂, Grupo 7 - Moinho ST + 15% de nano -ZrO₂, Grupo 9 - Moinho ST + 25% de nano-ZrO₂

Observa-se na TABELA acima que os grupos que apresentaram radiopacidade mínima de 3 mm Equivalente ao Alumínio de acordo com a norma foram o Grupo controle (Biodentine) e Grupo 9 (25% de nano-ZrO₂). A utilização de 15% de óxido de zircônia nanométrica não foi o suficiente para atingir os 3mm de alumínio da escala, sendo reprovado no teste.

Os grupos que utilizaram o radiopacificador em dimensão microparticulada (Grupo 3 e 5) também não atingiram o valor mínimo de densidade óptica exigida.

5. DISCUSSÃO

Uma boa dispersão do radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato é fundamental para que se obtenha uma boa radiopacidade.

Para este estudo foi utilizado o ZrO₂, por ser um material usado como radiopacificador ao cimento hidráulico a base de silicato já pesquisado em outros estudos que não causa influências em suas propriedades, principalmente relacionadas ao manchamento dentário^{17,18}.

O grupo controle escolhido foi o Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-Fosses, França), por se tratar de um cimento comercialmente disponível e que possui como radiopacificante padrão o óxido de zircônia.

A ideia da utilização do método moinho na mistura dos componentes deste cimento buscou validar o método para mistura de seus pós-elementares, objetivando uma dispersão

homogênea e desaglomeração das partículas. Desta maneira, sistematizando este protocolo, as pesquisas realizadas na área poderão padronizar a forma de dispersão dos componentes dos cimentos.

Para minimizar interferências no processo de mistura, utilizamos no moinho de alta energia jarro de zircônia e microesferas de zircônia, caso ocorra à presença de eventuais resíduos no cimento ao final do processo.

As dimensões das microesferas foram escolhidas (0,3- 0,4mm) de tal forma a se obter uma maior eficiência na dispersão das partículas, e de acordo com o tamanho da partícula do silicato tricálcico.

A rotação do moinho (200RPM) o tempo (5 min.) empregados foram preconizados para que ocorresse a mistura/dispersão dos pós e não moagem.

O peneiramento foi realizado com peneiras específicas (ABERT. Em 125 mm ABNT 120 e TYLER/MESH 115 8''X2'') para separação das microesferas de zircônia após homogeneização.

O álcool isopropílico (anidro) foi utilizado em todo processo, pois o cimento estudado reage com água e assim evitamos seu endurecimento,

O MEV foi utilizado para análise descritiva das dispersões devido à capacidade de produzir imagens de alta resolução da superfície de uma amostra. Os grupos de silicato tricálcico + micro-ZrO₂ e silicato tricálcico + nano-ZrO₂ nas diferentes concentrações apresentaram no MEV comportamento diferente.

Após análise das micrografias, a comparação entre os grupos com adição do óxido de zircônia micrométrico (15% e 25%) manualmente ou com auxílio do moinho, mostrou-se com homogeneização análoga.

Entretanto, quando se comparam os grupos obtidos a partir do óxido de zircônia nanométrico, as imagens de MEV mostram maior dispersão para as amostras obtidas por moagem em comparação aquelas obtidas manualmente, para os dois teores (15% e 25%) óxido de zircônia testados.

Pós nanométricos apresentam elevada área superficial e maior tendência à aglomeração, por causa da elevada energia de superfície em relação aos pós micrométricos. O estudo mostrou que o moinho, nas condições de operação empregadas, conseguiu reduzir esta tendência à aglomeração das partículas nanométricas, levando a melhor dispersão no material.

Radiograficamente observou-se que o moinho nestes mesmos grupos proporciona uma melhor textura para visualização radiográfica. Desta forma, foram selecionados os dois grupos micrométricos e nanométricos com o método moinho para realizar o teste de radiopacidade.

Estudos já realizados utilizando 30% nano-ZrO₂ e 30 % micro-ZrO₂ em silicato tricálcico⁴⁶⁾ e 20% micro-ZrO₂ em cimento Portland⁴⁷⁾ mostraram alcançar a radiopacidade exigida pela ANSI/ADA, corroborando com o resultado alcançado neste estudo utilizando 25% de nano - ZrO₂, com exceção dos grupos com 15% nano e 15 e 25% micro- ZrO₂ que não atingiram.

6. CONCLUSÃO

- O método de dispersão através do moinho de alta energia é eficiente para mistura de radiopacificadores ao cimento a base de silicato.
- A utilização de 25% de nano-ZrO₂ ao silicato tricálcico conferiu a radiopacidade exigida pela norma da ADA.

REFERÊNCIAS:

- 1) Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D (2013) Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dental Materials* 29, 580-93.
- 2) Cornélio AL, Rodrigues EM, Salles LP *et al.* (2017) Bioactivity of MTA Plus, Biodentine and experimental calcium silicate-based cements in human osteoblast-like cells. *International Endodontic Journal* 50, 39–47.
- 3) Estrela C, Bammann LL, Estrela CR, Silva RS, Pecora JD (2000) Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. *Brazilian Dental Journal* 11, 3–9.
- 4) Duarte MA, Demarchi AC, Yamashita JC, Kuga MC, de Fraga SC (2003) pH and calcium ion release of 2 root-end filling materials. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology* 95, 345–7.
- 5) Camilleri, J. Pitt Ford TR. Mineral trioxide aggregate: a review of the consistency and biological properties of the material. *IntEndo J.* 2006; 39(10): 747-54.
- 6) Belio-Reyes, Irma Araceli *et al.* Phase Composition of ProRoot Mineral Trioxide Aggregate by X-Ray Powder Diffraction. *Journal of Endodontics.* Mexico, p. 875-878. jun. 2009.

- 7) Camilleri, J. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. Science Direct. Malta, p. 836-844. Ago. 2011.
- 8) Lee, Seung-joung *et al.* Sealing Ability of a Mineral Trioxide Aggregate for Repair of Lateral Root Perforations. Journal of Endodontics. U.s.a., p. 541-544. nov. 1993.
- 9) Asgary S, Parirokh M, Eghbal M.J and F .BRINK, J ENDOD.31 (2005) 101. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate.
- 10) Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review - Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. J Endod. 2010; 36:16-27.
- 11) Guerreiro-Tanomaru, Juliane Maria *et al.*, Effect of addition of nano-hydroxyapatite on physico-chemical and antibiofilm properties of calcium silicate cements. J. Appl. Oral Sci., Bauru, v. 24, n. 3, p. 204-210, June 2016.
- 12) Vallés, M., Mercadé, M., Duran-Sindreu, F. et al. Clin Oral Invest (2013) 17: 1155
- 13) Camilleri, J; Laurent, P. About I. Hydration of Biodentine, Theracal LC, and a prototype tricalcium silicate-based dentin replacement material after pulp capping in entire tooth cultures. J Endod. V.40, n.11, p.1846-54, 2014.
- 14) Cutajar, A. *et al.* Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. Dental Materials, [s.l.], v. 27, n. 9, p.879-891, set. 2011. Elsevier BV.
- 15) The Merck Index: An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals. 14 Ed. New Jersey: Merck, 2006 Online.
- 16) Peruzzo. F.M.; Canto. E.L., Química na abordagem do cotidiano, volume 1, 4ª edição, ed moderna, São Paulo, 2006.
- 17) Khalil Issam; Naaman Alfred; Camilleri Josette. Properties of Tricalcium Silicate Sealers. Journal Of Endodontics, [s.l.], v. 42, n. 10, p. 01-10, Ago. 2016.
- 18) Xuereb, M. *et al.* Development of novel tricalcium silicate-based endodontic cements with sintered radiopacifier phase. Springer. Berlin, p. 968-982. 20 jul. 2015.

- 19) Bosso-Martelo, Roberta *et al.* Calcium Silicate – Based Cements Associated with Micro and Nano particle Radiopacifiers: Physicochemical Properties and Bioactivity. International Scholarly Research Notices, [s.l.], v. 2015, p.1-7, 2015.
- 20) Gillani, R , B. Ercan, A. Qiao, and T. J. Webster, “Nano functionalized zirconia and barium sulfate particles as bone cement additives,” International Journal of Nanomedicine, vol. 5, no. 1, pp. 1–11, 2010.
- 21) Rodrigues D. C., J. L. Gilbert, and J. M. Hasenwinkel, “Two solution bone cements with cross-linked micro and nanoparticles for vertebral fracture applications: effects of zirconium dioxide content on the material and setting properties,” Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials, vol. 92, no. 1, pp. 13–23, 2010.
- 22) Liu X., A. Huang, C. Ding, and P. K. Chu, “Bioactivity and cytocompatibility of zirconia (ZrO₂) films fabricated by cathodic arc deposition,” Biomaterials, vol. 27, no. 21, pp. 3904–3911, 2006.
- 23) Sarkar, D, S. K. Swain, S. Adhikari, B. S. Reddy, and H. S. Maiti, “Synthesis, mechanical properties and bioactivity of nanostructured zirconia,” Materials Science and Engineering C, vol. 33, no. 6, pp. 3413–3417, 2013
- 24) Tay, F. R *et al.* Calcium phosphate phase transformation produced by the interaction of the portland cement component of white mineral trioxide aggregate with a phosphate-containing fluid. J Endod. V.33, n.11, p.1347-51, 2007.
- 25) Reyes-Carmona, J. F; Felipe, M. S; Felipe, W. T. Biomineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and white portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid. J Endod. V.35, n.5, p.731-6, may.,2009
- 26) Camilleri J, Catujar A, Mallia B (2011) Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-endfilling material. DentMater 27:845–854
- 27) Atmeh AR, Chong EZ, Richard G, *et al.* Dentin-cement interfacial interaction: calcium silicates and polyalkenoates. J Dent Res V.9, p.454–9, 2012.
- 28) Duda JG, Losso EM. O uso do agregado de trióxido de mineral (MTA) em odontopediatria. Arq Odontol. 2005; 41(1): 93-103.

- 29) Parirokh and M. Torabinejad, "Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review-part III: clinical applications, drawbacks, and mechanism of action," *Journal of Endodontics*, vol. 36, no. 3, pp. 400–413, 2010.
- 30) Grazziotin-Soares, R. *et al.* Effect of bismuth oxide on white mineral trioxide aggregate: chemical characterization and physical properties. *Int Endod J.* V.47, n.6, p.520-33, jun., 2014.
- 31) Húngaro Duarte MA, de Oliveira El Kadre GD, Vivan RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG (2009) Radiopacity of Portland cement associated with different radiopacifying agents. *J Endod* 35:737–740
- 32) Costa BC, Campos CN, Duarte MAH, Chaves MGAM, Grizzo LT, Tanomaru-Filho M. Physicochemical analysis of MTA and Portland cement associated with four different radiopacifiers. *Rev. odontol. UNESP.* 2014; 43 (4); 228-235.
- 33) Tanomaru, Juliane Maria Guerreiro *et al.* Evaluation of the radiopacity of root canal sealers by digitization of radiographic images. *Journal of Applied Oral Science*, [s.l.], v. 12, n. 4, p.355-357, dez. 2004.
- 34) Islam. Intekhab, Comparison of the Physical and Mechanical Properties of MTA and Portland cement. *Journal of Endodontics*, Singapore, v. 32, n. 3, p.193-197, mar. 2006.
- 35) Ribeiro DA, Carlin V, Fracalossi AC, Oyama LM. Os radiopacificadores não induzem dano genético em fibroblastos murinos: um estudo *in vitro*. *Int Endod J.* 2009; 42: 987-991.
- 36) Camilleri, J. Caracterização de produtos de hidratação do agregado de trióxido mineral. *Int Endod J* 2008; 41: 408-417
- 37) Perard M., J. Le Clerc, F. Meary, F. Perez, S. Tricot-Doleux, and P. Pellen-Mussi, "Spheroid model study comparing the biocompatibility of Biodentine and MTA," *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 24, no. 6, pp. 1527–1534, 2013
- 38) Czarnecka B, Nichola J. Coleman, Honorata Shaw, John W. Nicholson The Use of Mineral Trioxide Aggregate in Endodontics. *Dental Materials*, Polnd, Dent. Med. Probl. 2008, 45, 1, 5–11.

- 39) Vazquez-Garcia, Fernando *et al.* Effect of Silver Nanoparticles on Physicochemical and Antibacterial Properties of Calcium Silicate Cements. *Braz. Dent. J.* [online]. 2016, vol.27, n.5 cited 2018-04-05, pp.508-514.
- 40) Slompo, Camila *et al.* Experimental Calcium Silicate-Based Cement with and without Zirconium Oxide Modulates Fibroblasts Viability. *Braz. Dent. J.* [online]. 2015, vol.26, n.6 [cited 2018-04-05], pp.587-591.
- 41) Andrade, Aline S. *et al.* Tissue Response and Immuno expression of Interleukin 6 Promoted by Tricalcium Silicate-based Repair Materials after Subcutaneous Implantation in Rats. *Journal of Endodontics*, Araraquara, v. 44, n. 3, p.458-463, mar. 2017.
- 42) Suryanayana C. Mechanical Alloying and Milling. *Progress in Material Science*, v.46, p.1-184, 2001.
- 43) Torres Camila S.; Schaeffer, L. Sinterização do compósito metal duro WC-Co: Sinterização. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*. Bento Gonçalves, p. 58-63. 15 dez. 2009.
- 44) Pileggi, R. G.; Studart, André Rocha; Pandolfelli, Victor Carlos. How Mixing Affects the Rheology of Refractory Castables, part 1, part 2. *American Ceramic Society Bulletin*, Estados Unidos, v. 80, n. 6, p. 27-42, 2001.
- 45) Lanfredini, S *et al.* Síntese e caracterização estrutural do niobato de potássio e estrôncio com estrutura tipo Tetragonal Tungstênio Bronze TTB: Synthesis and structural characterization of strontium potassium niobate oxide with tetragonal tungstenium bronze TTB type structure. *Cerâmica*. Presidente Prudente, p. 151-156. 23 fev. 2005.
- 46) Bosso-Martelo, Roberta *et al.* Physicochemical properties of calcium silicate cements associated with micro particulate and nano particulate radiopacifiers. *Clinical Oral Investigations*, [s.l.], v. 20, n. 1, p.83-90, 8 maio 2015. Springer Nature.
- 47) Duque, J. A. *et al.* The effect of mixing method on tricalcium silicate-based cement. *International Endodontic Journal*, [s.l.], v. 51, n. 1, p.69-78, 30 maio 2017. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1111/iej.12774>.
- 48) Katz, Alexander *et al.* Densitometric measurement of radiopacity of gutta-percha cones and root dentin. *Journal of Endodontics*, [s.l.], v. 16, n. 5, p.211-213, maio 1990. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0099-2399\(06\)81671-7](http://dx.doi.org/10.1016/s0099-2399(06)81671-7).

NORMAS DENTAL MATERIALS JOURNAL

SUBDIVISION - NUMBERED SECTIONS

DIVIDE YOUR ARTICLE INTO CLEARLY DEFINED AND NUMBERED SECTIONS. SUBSECTIONS SHOULD BE NUMBERED 1.1 (THEN 1.1.1, 1.1.2, ...), 1.2, ETC. (THE ABSTRACT IS NOT INCLUDED IN SECTION NUMBERING). USE THIS NUMBERING ALSO FOR INTERNAL CROSS-REFERENCING: DO NOT JUST REFER TO 'THE TEXT'. ANY SUBSECTION MAY BE GIVEN A BRIEF HEADING. EACH HEADING SHOULD APPEAR ON ITS OWN SEPARATE LINE.

INTRODUCTION

THIS MUST BE PRESENTED IN A STRUCTURED FORMAT, COVERING THE FOLLOWING SUBJECTS, ALTHOUGH ACTUAL SUBHEADINGS SHOULD NOT BE INCLUDED:

- SUCCINCT STATEMENTS OF THE ISSUE IN QUESTION;
- THE ESSENCE OF EXISTING KNOWLEDGE AND UNDERSTANDING PERTINENT TO THE ISSUE (REFERENCE);
- THE AIMS AND OBJECTIVES OF THE RESEARCH BEING REPORTED RELATING THE RESEARCH TO DENTISTRY, WHERE NOT OBVIOUS.

MATERIALS AND METHODS

- DESCRIBE THE PROCEDURES AND ANALYTICAL TECHNIQUES.
- ONLY CITE REFERENCES TO PUBLISHED METHODS.
- INCLUDE AT LEAST GENERAL COMPOSITION DETAILS AND BATCH NUMBERS FOR ALL MATERIALS.
- IDENTIFY NAMES AND SOURCES OF ALL COMMERCIAL PRODUCTS E.G.
"THE COMPOSITE (SILAR, 3M CO., ST. PAUL, MN, USA)..."
"... AN AU-PD ALLOY (ESTHETICOR OPAL, CENDRES ET METAUX, SWITZERLAND)."
- SPECIFY STATISTICAL SIGNIFICANCE TEST METHODS.

RESULTS

- REFER TO APPROPRIATE TABLES AND FIGURES.
- REFRAIN FROM SUBJECTIVE COMMENTS.

- MAKE NO REFERENCE TO PREVIOUS LITERATURE.
- REPORT STATISTICAL FINDINGS.

DISCUSSION

- EXPLAIN AND INTERPRET DATA.
- STATE IMPLICATIONS OF THE RESULTS, RELATE TO COMPOSITION.
- INDICATE LIMITATIONS OF FINDINGS.
- RELATE TO OTHER RELEVANT RESEARCH.

CONCLUSION (IF INCLUDED)

- MUST NOT REPEAT RESULTS OR DISCUSSION
- MUST CONCISELY STATE INFERENCE, SIGNIFICANCE, OR CONSEQUENCES

ESSENTIAL TITLE PAGE INFORMATION

- TITLE. CONCISE AND INFORMATIVE. TITLES ARE OFTEN USED IN INFORMATION-RETRIEVAL SYSTEMS. AVOID ABBREVIATIONS AND FORMULAE WHERE POSSIBLE.
- AUTHOR NAMES AND AFFILIATIONS. PLEASE CLEARLY INDICATE THE GIVEN NAME(S) AND FAMILY NAME(S) OF EACH AUTHOR AND CHECK THAT ALL NAMES ARE ACCURATELY SPELLED. YOU CAN ADD YOUR NAME BETWEEN PARENTHESES IN YOUR OWN SCRIPT BEHIND THE ENGLISH TRANSLITERATION. PRESENT THE AUTHORS' AFFILIATION ADDRESSES (WHERE THE ACTUAL WORK WAS DONE) BELOW THE NAMES. INDICATE ALL AFFILIATIONS WITH A LOWER-CASE SUPERScript LETTER IMMEDIATELY AFTER THE AUTHOR'S NAME AND IN FRONT OF THE APPROPRIATE ADDRESS. PROVIDE THE FULL POSTAL ADDRESS OF EACH AFFILIATION, INCLUDING THE COUNTRY NAME AND, IF AVAILABLE, THE E-MAIL ADDRESS OF EACH AUTHOR.
- CORRESPONDING AUTHOR. CLEARLY INDICATE WHO WILL HANDLE CORRESPONDENCE AT ALL STAGES OF REFEREEING AND PUBLICATION, ALSO POST-PUBLICATION. THIS RESPONSIBILITY INCLUDES ANSWERING ANY FUTURE QUERIES ABOUT METHODOLOGY AND MATERIALS. ENSURE THAT THE E-MAIL

ADDRESS IS GIVEN AND THAT CONTACT DETAILS ARE KEPT UP TO DATE BY THE CORRESPONDING AUTHOR.

- PRESENT/PERMANENT ADDRESS. IF AN AUTHOR HAS MOVED SINCE THE WORK DESCRIBED IN THE ARTICLE WAS DONE, OR WAS VISITING AT THE TIME, A 'PRESENT ADDRESS' (OR 'PERMANENT ADDRESS') MAY BE INDICATED AS A FOOTNOTE TO THAT AUTHOR'S NAME. THE ADDRESS AT WHICH THE AUTHOR ACTUALLY DID THE WORK MUST BE RETAINED AS THE MAIN, AFFILIATION ADDRESS. SUPERSCRIPIT ARABIC NUMERALS ARE USED FOR SUCH FOOTNOTES.

ABSTRACT (STRUCTURED FORMAT)

- 250 WORDS OR LESS.
- SUBHEADINGS SHOULD APPEAR IN THE TEXT OF THE ABSTRACT AS FOLLOWS: OBJECTIVES, METHODS, RESULTS, SIGNIFICANCE. (FOR SYSTEMATIC REVIEWS: OBJECTIVES, DATA, SOURCES, STUDY SELECTION, CONCLUSIONS). THE RESULTS SECTION MAY INCORPORATE SMALL TABULATIONS OF DATA, NORMALLY 3 ROWS MAXIMUM.

HIGHLIGHTS

HIGHLIGHTS ARE MANDATORY FOR THIS JOURNAL. THEY CONSIST OF A SHORT COLLECTION OF BULLET POINTS THAT CONVEY THE CORE FINDINGS OF THE ARTICLE AND SHOULD BE SUBMITTED IN A SEPARATE EDITABLE FILE IN THE

ONLINE SUBMISSION SYSTEM. PLEASE USE 'HIGHLIGHTS' IN THE FILE NAME AND INCLUDE 3 TO 5 BULLET POINTS (MAXIMUM 85 CHARACTERS, INCLUDING SPACES, PER BULLET POINT). YOU CAN VIEW EXAMPLE HIGHLIGHTS ON OUR INFORMATION SITE.

KEYWORDS

UP TO 10 KEYWORDS SHOULD BE SUPPLIED E.G. DENTAL MATERIAL, COMPOSITE RESIN, ADHESION.

ELECTRONIC ARTWORK

GENERAL POINTS

- MAKE SURE YOU USE UNIFORM LETTERING AND SIZING OF YOUR ORIGINAL ARTWORK.
- EMBED THE USED FONTS IF THE APPLICATION PROVIDES THAT OPTION.
- AIM TO USE THE FOLLOWING FONTS IN YOUR ILLUSTRATIONS: ARIAL, COURIER, TIMES NEW ROMAN, SYMBOL, OR USE FONTS THAT LOOK SIMILAR.
- NUMBER THE ILLUSTRATIONS ACCORDING TO THEIR SEQUENCE IN THE TEXT.
- USE A LOGICAL NAMING CONVENTION FOR YOUR ARTWORK FILES.
- PROVIDE CAPTIONS TO ILLUSTRATIONS SEPARATELY.
- SIZE THE ILLUSTRATIONS CLOSE TO THE DESIRED DIMENSIONS OF THE PUBLISHED VERSION.
- SUBMIT EACH ILLUSTRATION AS A SEPARATE FILE.

A DETAILED GUIDE ON ELECTRONIC ARTWORK IS AVAILABLE.

YOU ARE URGED TO VISIT THIS SITE; SOME EXCERPTS FROM THE DETAILED INFORMATION ARE GIVEN HERE.

FORMATS

IF YOUR ELECTRONIC ARTWORK IS CREATED IN A MICROSOFT OFFICE APPLICATION (WORD, POWERPOINT, EXCEL) THEN PLEASE SUPPLY 'AS IS' IN THE NATIVE DOCUMENT FORMAT.

REGARDLESS OF THE APPLICATION USED OTHER THAN MICROSOFT OFFICE, WHEN YOUR ELECTRONIC ARTWORK IS FINALIZED, PLEASE 'SAVE AS' OR CONVERT THE IMAGES TO ONE OF THE FOLLOWING FORMATS (NOTE THE

RESOLUTION REQUIREMENTS FOR LINE DRAWINGS, HALFTONES, AND LINE/HALFTONE COMBINATIONS GIVEN BELOW):

EPS (OR PDF): VECTOR DRAWINGS, EMBED ALL USED FONTS.

TIFF (OR JPEG): COLOR OR GRAYSCALE PHOTOGRAPHS (HALFTONES), KEEP TO A MINIMUM OF 300 DPI.

TIFF (OR JPEG): BITMAPPED (PURE BLACK & WHITE PIXELS) LINE DRAWINGS, KEEP TO A MINIMUM OF 1000 DPI.

TIFF (OR JPEG): COMBINATIONS BITMAPPED LINE/HALF-TONE (COLOR OR GRAYSCALE), KEEP TO A MINIMUM OF 500 DPI.

PLEASE DO NOT:

- SUPPLY FILES THAT ARE OPTIMIZED FOR SCREEN USE (E.G., GIF, BMP, PICT, WPG); THESE TYPICALLY HAVE A LOW NUMBER OF PIXELS AND LIMITED SET OF COLORS;
- SUPPLY FILES THAT ARE TOO LOW IN RESOLUTION;
- SUBMIT GRAPHICS THAT ARE DISPROPORTIONATELY LARGE FOR THE CONTENT.

TABLES

PLEASE SUBMIT TABLES AS EDITABLE TEXT AND NOT AS IMAGES. TABLES CAN BE PLACED EITHER NEXT TO THE RELEVANT TEXT IN THE ARTICLE, OR ON SEPARATE PAGE(S) AT THE END. NUMBER TABLES CONSECUTIVELY IN ACCORDANCE WITH THEIR APPEARANCE IN THE TEXT AND PLACE ANY TABLE NOTES BELOW THE TABLE BODY. BE SPARING IN THE USE OF TABLES AND ENSURE THAT THE DATA PRESENTED IN THEM DO NOT DUPLICATE RESULTS DESCRIBED ELSEWHERE IN THE ARTICLE. PLEASE AVOID USING VERTICAL RULES AND SHADING IN TABLE CELLS.

REFERENCES

IN TEXT IN NUMERICAL ORDER. USE SQUARE BRACKETS: IN-LINE, NOT SUPERSCRIPIT E.G. [23]. ALL REFERENCES MUST BE LISTED AT THE END OF THE PAPER, DOUBLE-SPACED, WITHOUT INDENTS. FOR EXAMPLE: 1. MOULIN P, PICARD B AND DEGRANGE M. WATER RESISTANCE OF RESIN-BONDED JOINTS WITH TIME RELATED TO ALLOY SURFACE TREATMENTS. J DENT, 1999; 27:79-87. 2. TAYLOR DF, BAYNE SC, STURDEVANT JR AND WILDER AD. COMPARISON OF

DIRECT AND INDIRECT METHODS FOR ANALYZING WEAR OF POSTERIOR COMPOSITE RESTORATIONS. DENT MATER, 1989; 5:157-160. AVOID REFERENCING ABSTRACTS IF POSSIBLE. IF UNAVOIDABLE, REFERENCE AS FOLLOWS: 3. DEMAREST VA AND GREENER EH . STORAGE MODULI AND INTERACTION PARAMETERS OF EXPERIMENTAL DENTAL COMPOSITES. J DENT RES, 1996; 67:221, ABSTR. NO. 868.

CITATION IN TEXT

PLEASE ENSURE THAT EVERY REFERENCE CITED IN THE TEXT IS ALSO PRESENT IN THE REFERENCE LIST (AND VICE VERSA). ANY REFERENCES CITED IN THE ABSTRACT MUST BE GIVEN IN FULL. UNPUBLISHED RESULTS AND PERSONAL COMMUNICATIONS ARE NOT RECOMMENDED IN THE REFERENCE LIST, BUT MAY BE MENTIONED IN THE TEXT. IF THESE REFERENCES ARE INCLUDED IN THE REFERENCE LIST THEY SHOULD FOLLOW THE STANDARD REFERENCE STYLE OF THE JOURNAL AND SHOULD INCLUDE A SUBSTITUTION OF THE PUBLICATION DATE WITH EITHER 'UNPUBLISHED RESULTS' OR 'PERSONAL COMMUNICATION'. CITATION OF A REFERENCE AS 'IN PRESS' IMPLIES THAT THE ITEM HAS BEEN ACCEPTED FOR PUBLICATION.