

LUANA DAMIANI ROSSO

**EFEITO DO TAMANHO DA PARTÍCULA E ÁREA SUPERFICIAL DO
SILICATO TRICÁLCICO NO TEMPO DE PRESA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
banca examinadora da Universidade do Extremo
Sul Catarinense (UNESC).

Orientadora: Professora Mestra Anarela
Bernardi Vassen

CRICIÚMA

2019

BANCA EXAMINADORA

Prof. Anarela Bernardi Vassen - Professora do Curso de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. Doutoranda, Mestra e Especialista em Endodontia. - (Universidade do Extremo Sul Catarinense) – 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 na Friedrich-Alexander-Universität-Erlangen-Nürnberg 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, Mestra e Especialista em Endodontia - (Universidade do Extremo Sul Catarinense).

Prof. Soraia Netto - Professora do Curso de Graduação e Pós-graduação em Odontologia da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil. Mestra em Ciências da Saúde e Especialista em Endodontia - (Universidade do Extremo Sul Catarinense).

ARTIGO: VERSÃO EM PORTUGUÊS

EFEITO DO TAMANHO DA PARTÍCULA E ÁREA SUPERFICIAL DO SILICATO TRICÁLCICO NO TEMPO DE PRESA

Effect of particle size and surface area of a tricalcium silicate at setting time

Luana Damiani Rosso¹
Oscar Rubem Klegues Montedo²
Felipe Henrique Fassina-Domingues³
Patrícia Maria Poli Móra Kopper⁴
Sabrina Arcaro⁵
Anarela Vassen Bernardi⁶

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 na Friedrich-Alexander-Universitat-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.

³Professor voluntário na Universidade Federal de Mato Grosso. Doutor e Mestre em Ciências da Saúde, Especialista em Endodontia e Radiologia.

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.

⁵ Professora e pesquisadora do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil. Doutora em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Santa Catarina, Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Santa Catarina.

⁶Professora do Curso de Graduação e Pós-graduação em Odontologia da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil, Mestra e Especialista em Endodontia.

Resumo

Objetivo

Os cimentos a base de silicato tricálcico (biocerâmicos) estão sendo cada vez mais usados nas terapias endodônticas, devido suas propriedades físico-químicas e biológicas. Sendo o silicato tricálcico (C_3S) o maior constituinte de tais cimentos, busca-se evidência da influência do tamanho de partícula desse componente no tempo de presa do material.

Métodos

Foi realizada análise microestrutural (microscopia eletrônica de varredura) e análise da área superficial (Modelo de adsorção de Brunauer, Emmett e Teller – BET) para determinação tamanho de partícula. Após, o tempo de presa do C_3S foi avaliado de acordo com a Norma nº57 ANSI/ADA, análise térmica da reação de presa pela Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Análise Térmica Diferencial (ATD) e termogravimetria simultânea.

Resultados

As partículas de C_3S Bruto reagiram mais com a água, obtendo um menor tempo de presa, o C_3S moído por apresentar maior área superficial não se apresentou tão reativo, resultando em um tempo de presa maior que o C_3S Bruto, ocorrendo o mesmo com o C_3S super moído que apresentou o maior tempo de presa.

Significância

O tempo de presa indicado pelas marcas comerciais nas instruções de uso dos cimentos é o tempo de presa, mas não fornece o tempo de maturação do material; O cimento biocerâmico reparador apresentou partículas menores e menor tempo de presa e o cimento obturador partículas maiores e tempo de presa maior; Os três tamanhos de partícula de C_3S estudadas sofrem processo de hidratação, mas a quantidade de água deve ser ajustada de acordo com o tamanho da partícula de cada grupo; Para utilizar o C_3S super moído como base de um cimento biocerâmico será necessário acrescentar um dispersante para que as partículas muito finas não aglomerem.

Palavras-chave: Odontologia, Endodontia, Cimento de Silicato, Propriedades Químicas, Propriedades Físicas.

Destaques: Ao diminuir as partículas do C_3S a quantidade de água utilizada para a manipulação deve ser aumentada. Para o uso de C_3S super moído como base de um cimento é necessário o uso de dispersante.

1. INTRODUÇÃO

Os biomateriais têm como finalidade retomar, recompor ou substituir órgãos, tecidos e funções do organismo com o objetivo de preservar e/ou melhorar a qualidade de vida dos pacientes, sendo que estes devem apresentar propriedades físicas, químicas e biológicas compatíveis com os tecidos naturais do hospedeiro, estimulando assim respostas adequadas¹⁾. As características fundamentais para um biomaterial são: possuir biocompatibilidade, não apresentando respostas biológicas adversas ao organismo; osteocondutividade, sendo um estimulador de crescimento de células ósseas e bioatividade, sendo essa a capacidade do material se unir ao tecido biológico²⁾.

Biomateriais compostos por alumina, zircônia, hidroxiapatita, fosfato de cálcio, silicato de cálcio e cerâmicas de vidro são amplamente utilizadas na área odontológica³⁾, devido sua capacidade de estimular a regeneração de tecidos naturais ou até mesmo possuir a funcionalidade de um tecido humano⁴⁾. O primeiro biomaterial empregado na Endodontia, o MTA (Agregado Trióxido Mineral) surgiu na década de 90, idealizado por Mohamed Torabinejad. O silicato tricálcico (C3S) é seu principal componente correspondendo cerca de 68% na sua composição^{5,6)}.

Intitulada como a nova geração do MTA, os cimentos a base de silicato (biocerâmicos) têm sido considerados um grande avanço para a terapia endodôntica⁴⁾, devido suas excelentes propriedades físico-químicas e a natureza bioativa^{7,8,9)}, que está relacionada à capacidade do biomaterial em induzir a formação de uma camada de hidroxiapatita em sua superfície, estimulando a diferenciação celular e o crescimento de tecido mineralizado ou osso^{7,10,11,8,12,13,14,15,16,17,18,19,20)}. Classificados como bioinertes, bioativos e biodegradáveis, os chamados biocerâmicos são capazes de atuar como cimento endodôntico, reparadores radiculares ou materiais de preenchimento para obturação²¹⁾.

As propriedades físicas, químicas e biológicas dos biocerâmicos são as responsáveis por sua utilização na área odontológica, possuindo estes materiais, pH alcalino, atividade antibacteriana, radiopacidade, biocompatibilidade e também bioatividade, isto é, durante seu processo de presa, possui a capacidade de formar hidroxiapatita, que vai auxiliar na ligação entre o material obturador e a dentina²²⁾.

Exemplos de biocerâmicos reparadores: Bio C – Repair (Angelus, Londrina, PR, Brasil), Endosequence Putty (Brasseler USA, Savannah, GA), Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-fosses Cedex, France), Biocerâmicos obturadores Bio C - Sealer (Angelus, Londrina, PR, Brasil) IRoot SP (Innovative Bioceramix, Vancouver, Canadá), BioRoot RCS (Septodont, Saint-Maur-des-fosses Cedex, France), Endosequence BC Sealer (Brasseler, Savannah, EUA).

Dentre as propriedades físico-químicas, destacamos o tempo de presa que possui interferência na clínica significativa, pois é ele que determina o intervalo de tempo disponível para a

realização dos procedimentos a partir do momento de sua manipulação²³⁾. Os cimentos não devem apresentar um tempo de presa muito curto, pois podem dificultar a prática clínica, diminuindo o tempo de trabalho²⁴⁾. Porém, não deve também ser muito longo, para não favorecer a liberação de agentes agressores aos tecidos e deterioração do cimento, podendo até ocorrer a solubilização pelos tecidos periapicais^{25, 26)}.

Para os cimentos obturadores e reparadores, o tempo de presa pode determinar o grau de facilidade durante a aplicação do material, tanto no interior do canal durante a execução da técnica obturadora ou na sua remoção imediata caso seja necessário²⁵⁾, quanto na aplicação do material reparador em perfurações radiculares, apicificações, apicigêneses ou retrobturação^{27,28)}. Do contrário, um tempo de presa pode ser o responsável por deteriorar o cimento, favorecendo a penetração de agentes irritantes e liberação de produtos tóxicos²³⁾.

A metodologia empregada para aferir esta propriedade é normatizada pela especificação nº 57 da ANSI/ADA²⁹⁾, mas não há norma específica para os biocerâmicos, sendo de grande valia o aprimoramento de técnicas que analisam essa propriedade já que o tempo de maturação final não é detectado. Para que ocorra sua presa, o pó deve ser misturado ao líquido e após procede-se a inserção do cimento no elemento dental, que utilizará a água proveniente dos túbulos dentinários para cura úmida do material³⁾. Ao ser hidratado, o silicato de cálcio produz um gel de hidrato de silicato de cálcio e hidróxido de cálcio³⁰⁾. O hidróxido de cálcio reage com os íons fosfato, elevando o pH do meio, precipitando e formando hidroxiapatita e água³⁾. A água formada por essa reação ajuda no controle da taxa de hidratação e no tempo de presa do cimento e a hidroxiapatita origina uma ligação química entre os materiais a base de silicato de cálcio e as paredes dentinárias, ocorrendo o fenômeno da bioatividade^{31,32)}. Este trabalho tem como objetivo avaliar as propriedades físico-químicas dos biocerâmicos e correlacionar o efeito do tamanho da partícula e área superficial no tempo de presa, através de um método mais preciso para cimentos biocerâmicos.

2. METODOLOGIA

Os materiais utilizados no estudo incluem:

- BiodentineTM (Septodont, Saint-Maur-des-fosses Cedex, France);
- BioRootTM (Septodont, Saint-Maur-des-fosses Cedex, France);
- C₃S (Mineral Research Processing, Meyzieu, França).

Os grupos estão expostos na Tabela 1, 2, 3 e 4, de acordo com os ensaios que foram realizados:

Tabela 1 - Grupos experimentais para análise do tempo de presa pelo método convencional (ISO 6876:2000/ADA Standard nº57)

GRUPOS	Pó + líquido
GRUPO 1	BioRoot™
GRUPO 2	Biodentine™
GRUPO 3	C ₃ S puro bruto + Água
GRUPO 4	C ₃ S puro moído + Água
GRUPO 5	C ₃ S puro super moído + Água

Tabela 2 - Grupos experimentais para análise da microestrutura em MEV

GRUPOS	Pó seco
GRUPO 1	C ₃ S puro bruto
GRUPO 2	C ₃ S puro moído
GRUPO 3	C ₃ S puro super moído

Tabela 3 - Grupos experimentais para análise da área superficial em BET

GRUPOS	Pó seco
GRUPO 1	BioRoot™
GRUPO 2	Biodentine™
GRUPO 3	C ₃ S puro bruto
GRUPO 4	C ₃ S puro moído
GRUPO 5	C ₃ S puro super moído

Tabela 4 - Grupos experimentais para análise térmica em DSC

GRUPOS	Pó + líquido
GRUPO 1	BioRoot™
GRUPO 2	Biodentine™
GRUPO 3	C ₃ S puro bruto + Água
GRUPO 4	C ₃ S puro moído + Água
GRUPO 5	C ₃ S puro super moído + Água

MÉTODOS

Análise do tempo de presa – Grupos da Tabela 1

Para o teste de tempo de presa preconizado pela ISO 6876:2000 ANSI/ADA Standard nº57, foram confeccionadas matrizes de gesso com cavidades em forma de disco, com diâmetro interno de 10 mm e altura de 1 mm (n=3). Após o armazenamento das matrizes a 37 °C e umidade relativa de 95% por 24 h, as cavidades foram preenchidas com os cimentos de acordo com a TABELA 1. Em relação aos grupos controle, foram manipulados conforme as orientações do fabricante; já para os C₃S, foi pesado 1 g de pó, em balança analítica marca Shimadzu, modelo AUY 220, em um vidro de relógio, realizando a tara da balança para desprezar o peso do mesmo e com o auxílio de uma espátula acrescentado o material para a pesagem. Após pesado, o pó foi transferido para uma placa de vidro e com uma micropipeta de 20 – 200 µL (marca BioPet) dispensado 660 µL de água destilada sobre a placa para então a espatulação da amostra. Na sequência, uma agulha tipo

Gillmore, de $100,0 \pm 0,5$ g e ponta cilíndrica com $2,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro incidiu verticalmente na superfície horizontal do cimento, marcando uma indentação. Essa manobra foi repetida algumas vezes, em intervalos alternados e em diferentes áreas, até que a marcação não foi mais visível. Foram realizadas três aferições para cada grupo e o tempo de presa foi considerado desde o início da mistura até o momento em que a marca da agulha não foi mais visível.

MEV: Análise da microestrutura – Grupos da Tabela 2

Os corpos-de-prova de acordo com Tabela 2 foram fixados em suportes metálicos (*stubs*) com fita dupla face de carbono. O *stub* foi acoplado ao *Sample Holder* que logo foi inserido no equipamento. Posteriormente foram geradas imagens das amostras (micrografias) por meio do microscópio eletrônico de varredura. As superfícies analisadas e as áreas representativas da amostra foram obtidas com magnificações de 5.000x em um microscópio eletrônico de varredura ZEISS EVO MA10 (Alemanha).

Análise da área superficial em BET – Grupos da Tabela 3

Para a análise da área superficial específica dos cimentos e do C_3S foi utilizado o método BET (Modelo de adsorção de Brunauer, Emmett e Teller), através do equipamento Quantachrome, modelo NOVA 1200e (Flórida, EUA). As amostras dos componentes sólidos (pó) dos cimentos (Tabela 3) foram colocadas no equipamento, na atmosfera de nitrogênio, determinando o volume de gás adsorvido fisicamente na superfície da amostra, após isso, a amostra foi removida da atmosfera de nitrogênio, e aquecida até $300\text{ }^\circ\text{C}$ para que ocorresse a dessorção e quantificação das moléculas de nitrogênio adsorvidas no material.

Análise térmica – Grupos da Tabela 4

Para a análise térmica das amostras, foi realizada a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e análise térmica diferencial (ATD) e termogravimetria simultânea através do equipamento SDT Q600, marca TA, que verifica a quantidade de energia liberada ou absorvida pela amostra no decorrer do tempo em função da temperatura. Além disso, verifica também a perda ou ganho de massa da amostra.

Para os cimentos utilizados como controle, as amostras foram preparadas conforme indicação do fabricante e para as granulometrias diferentes de C_3S foi pesado 0,03 g de pó, em balança analítica, marca Shimadzu, modelo AUY 220 em um vidro de relógio, realizada a tara na balança para desprezar o peso do mesmo e com o auxílio de uma espátula acrescentado o material para a pesagem. Após pesado, o pó foi transferido para uma placa de vidro e com uma micropipeta

de 20 – 200 µL (marca BioPet) dispensado 26 µL de água destilada sobre a placa para então a espatulação. A partir dos materiais manipulados, 12 mg destes foram transferidos para um cadinho de Alumina do próprio equipamento DSC, para isso foi tarado o peso do cadinho na balança analítica e depois então acrescentadas as amostras até a quantidade desejada. Após esses procedimentos, as amostras foram levadas até o equipamento para início das análises.

Foi utilizada taxa de aquecimento de 1 °C/min, sendo assim, a cada 1 min, o equipamento aumentava 1 °C, até atingir a temperatura de 36,5 °C, sendo que para garantir que o equipamento permanecesse em temperatura constante foi calibrado à 37,5 °C, média de 1 °C a mais que a temperatura do corpo humano. O equipamento utiliza ar sintético, simulando o ar atmosférico em uma taxa de 100 mL/min.

3. RESULTADOS

3.1 Tempo de Presa – Tabela 5:

Tabela 5 - Tempo de Presa final pelo método ANSI/ADA	
Amostra (Pó + líquido)	Tempo Médio
BioRoot™	773min
Biodentine™	133min
C ₃ S Bruto	188min
C ₃ S moído	253min
C ₃ S super moído	365min

O tempo de presa do cimento obturador BioRoot™ correspondeu a 773 min, Biodentine™ 133 min, C₃S bruto 188 min, C₃S moído 253 min, C₃S super moído 365 min (Tabela 5).

3.2 Análise da microestrutura – Grupos da Tabela 2:

A microscopia eletrônica de varredura permitiu a observação da microestrutura e aspectos da morfologia do material.

Os grupos da Tabela 2 apresentam partículas de diferentes tamanhos entre si, onde o C₃S apesar de apresentar partículas com menor tamanho, demonstrou aglomerados dessas partículas maiores até que o próprio C₃S Bruto.

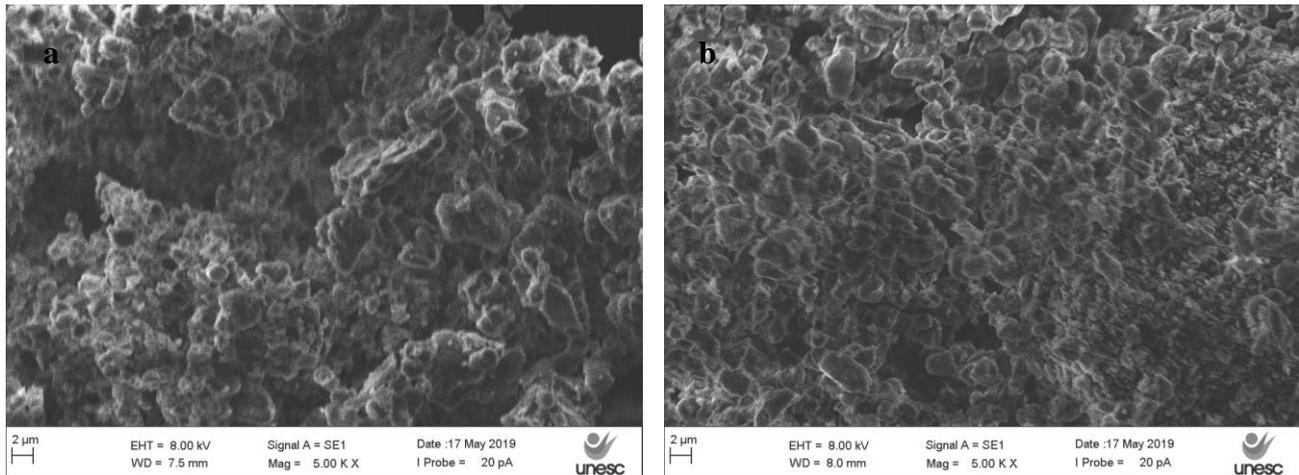


Figura 1: Micrografias: (a) C₃S Bruto ampliação de 5.000x (b) C₃S moído ampliação de 5.000x

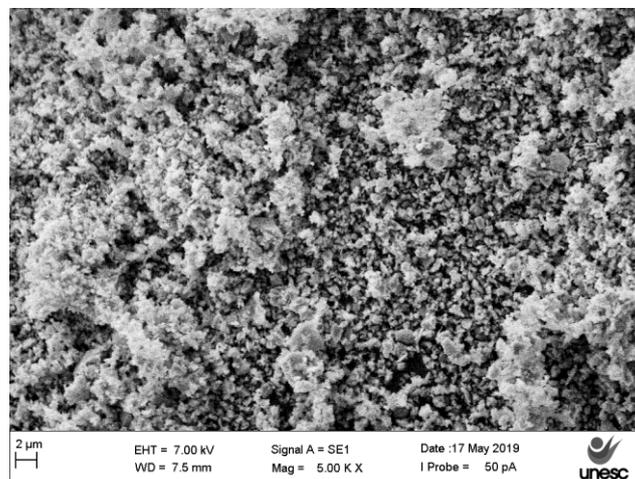


Figura 2: Micrografia do C₃S super moído ampliação 5.000x

3.3 Área Superficial – Tabela 6:

A Tabela 6 abaixo demonstra a área superficial dos respectivos pós dos grupos avaliados.

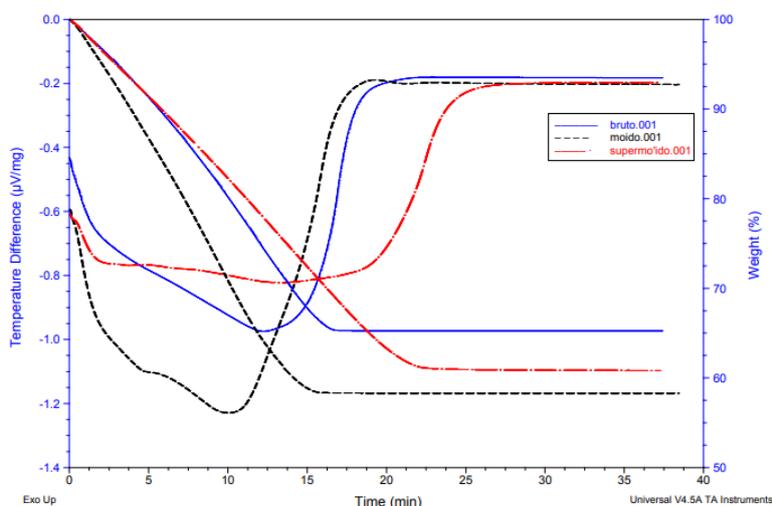
Tabela 6 - Área Superficial através do equipamento Quantachrome	
Cimento	Área Superficial
BioRoot™	1,456m ² /g
Biodentine™	4,346m ² /g
C ₃ S Bruto	2,201m ² /g
C ₃ S moído	4,000m ² /g
C ₃ S super moído	15,349m ² /g

O BioRoot™ apresentou área superficial de 1,456 m²/g , Biodentine™ 4,346 m²/g, C₃S Bruto 2,201 m²/g, C₃S moído 4,000 m²/g, C₃S super moído 15,349 m²/g (Tabela 6).

3.4 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Inicialmente observa-se que ao submeter as amostras à análise térmica há uma perda de massa de aproximadamente 40% em todas as amostras de C_3S e essa perda acontece em até 20 min do processo de análise. Acompanhando a perda de massa ocorre um evento endotérmico. De fato, ao remover as amostras do cadinho do equipamento, nota-se a perda de umidade.

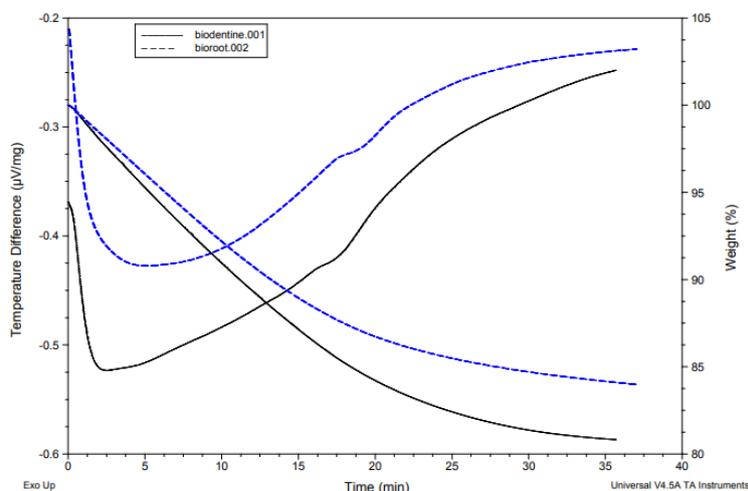
Figura 3: Análise de DSC das diferentes granulometrias do C_3S .



Observando os resultados mais detalhadamente percebe-se que o C_3S Bruto após 16 min em análise, perdeu 35% de sua massa inicial, chegando ao final dos 35 min de análise com 65% da massa inicial. Por outro lado, o C_3S moído após 15 min em análise, perdeu 42% de sua massa inicial, chegando ao final com 58%. Já o C_3S super moído após 22 min em análise, perdeu 38% de sua massa inicial, chegando ao final com 62%.

Ao submetermos as amostras dos cimentos BioRoot™ e Biodentine™ a análise térmica observa-se também uma perda de massa de aproximadamente 20% nos dois cimentos e essa perda ocorre em até 35 min. Acompanhando essa perda de massa ocorre um evento endotérmico, sendo que ao remover as amostras do cadinho do equipamento, nota-se a perda de umidade.

Figura 4: Análise de DSC dos cimentos BioRoot™ e Biodentine™



Mais detalhadamente observa-se que o BioRoot™, após 35 min no equipamento perdeu aproximadamente 20% de sua massa inicial, chegando ao final com 80%. Já o Biodentine™, após 35 min no equipamento, perdeu aproximadamente 16% de sua massa inicial, chegando ao final com 84%.

4. DISCUSSÃO

O processo de presa do cimento se baseia nas reações dos compostos anidros do mesmo com a água²⁹⁾. Os componentes individuais do cimento são atacados e reagem entre si formando compostos hidratados²⁹⁾. A hidratação é, principalmente, uma hidrólise dos silicatos que produz silicato de cálcio hidratado e hidróxido de cálcio^{33,34)}. Após a presa, a presença do hidróxido de cálcio contido na matriz de silicato confere alta alcalinidade ao material^{35,36)}.

As propriedades físico-químicas dos biomateriais influenciam diretamente no seu tempo de presa e são fatores como a temperatura ambiente, a umidade relativa do ar, pH, granulometria²³⁾, área superficial, porosidade, densidade, que ajudam a determinar o tempo necessário para o endurecimento destes materiais.

Entre as desvantagens associadas ao uso dos cimentos biocerâmicos, Parirokh e Torabinejad³⁷⁾ citam tempos longos de endurecimento, entre 3 e 4 h, visto que isso compromete sua aplicação, considerando que pode ocorrer o deslocamento desse material, devido a pressão oclusal precoce direcionada ao material, mesmo em um local mais profundo, podendo comprometer a integridade do selamento³⁸⁾, sendo o C₃S o principal componente correspondendo cerca de 68% na sua composição desses cimentos^{5,6)}.

No presente estudo foram analisados os tempos de endurecimento do C₃S com três

tamanhos de partículas distintas, o C₃S Bruto, o C₃S moído e C₃S super moído, buscando uma evidência de qual tamanho de partícula seria a ideal para tornar o tempo de presa mais adequado.

Para a análise do tamanho das partículas do C₃S foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV), sendo essa uma técnica influente para a caracterização do tamanho, forma e estrutura de partículas, sendo importante o uso de ferramentas apropriadas para caracterizar adequadamente sua estrutura e superfície com detalhes³⁹⁾. Já o método de BET é uma teoria matemática com o objetivo de descrever a adsorção física de moléculas de gás sobre uma superfície sólida e serve como base para uma técnica de análise importante para medição de área superficial específica de um material⁴⁰⁾.

Na Odontologia, existem três etapas em que os cimentos de uso odontológico à base de água passam até chegarem à sua conformação final, sendo elas, o tempo de trabalho, o tempo de presa e a maturação. O tempo de trabalho é considerado o tempo transcorrido desde o início da manipulação do material até o momento em que a consistência do mesmo fique inviável para uso; o tempo de presa transcorre desde a manipulação até a obtenção da dureza ou consistência desejada e a maturação, que é o processo de endurecimento da matriz do cimento por meio da hidratação com fluidos orais, que melhoram as suas propriedades mecânicas⁴¹⁾ e supõe-se que interfira na bioatividade.

As metodologias utilizadas neste trabalho para determinar o tempo de presa do material são diferenciadas. A Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e análise térmica diferencial (ATD) e termogravimetria simultânea buscou determinar o tempo de presa através da liberação de calor pela reação química do cimento e utilizou a temperatura de 36,5 °C para simular a temperatura corporal. A aplicação da norma preconizada pela ISO 6876:2000 ANSI/ADA Standard nº57 determinou o tempo de presa de forma visual através de indentações. Estes testes não garantem a fase maturação do cimento biocerâmico, que é tão importante na resposta clínica relacionada ao pH alcalino e bioatividade, interferindo na capacidade de formar hidroxiapatita, que vai auxiliar na ligação entre o material obturador e a dentina²²⁾. Além do que, enquanto não há maturação, pode ocorrer deterioração do cimento, deslocamento desse material, comprometendo a integridade do selamento³⁸⁾.

Os resultados demonstraram que o DSC, ATD e termogravimetria simultânea não conseguiram determinar o tempo de presa do material através da reação química, provavelmente por esta ser muito tênue neste intervalo de tempo analisado e uma temperatura baixa. Observou-se após a perda de massa (água) através de uma reação endotérmica e ressecamento do material. Pode-se concluir que o DSC determina o tempo de trabalho, que clinicamente é o tempo que o torna inviável para aplicação clínica.

Na análise em DSC do C₃S Bruto, a amostra sofreu uma reação endotérmica aos 16 min, sendo que essa amostra obteve uma menor perda de massa, possivelmente estando relacionado ao fato de apresentar uma área superficial menor, fazendo com que a água reaja mais com as partículas, perdendo menos água. O C₃S moído foi o primeiro a sofrer a reação endotérmica, devido sua área superficial ser maior, a quantidade de água acrescentada à amostra foi pequena para que ocorresse a reação de todas as partículas. Já o C₃S super moído, por possuir as partículas muito finas (como visto nas imagens de MEV e pela área superficial ser muito maior que os demais) elas acabaram aglomerando, formando partículas maiores até mesmo que o C₃S Bruto, sendo que de acordo com Castro e Pandolfelli⁴²⁾, assumir a estrutura aglomerada implica na retenção de certa quantidade da água, justificando a reação de perda de água mais tardia do C₃S super moído.

Durante a aplicação do método de tempo de presa preconizado pela ANSI/ADA Standard nº57, o Grupo 1 (BioRoot™) apresentou 773 min, Grupo 2 (Biodentine™) 133 min, Grupo 3 (C₃S bruto) 188 min, Grupo 4 (C₃S moído) 253 min e Grupo 5 (C₃S super moído) 365 min. Dentre as marcas comerciais testadas o biocerâmico obturador (BioRoot™) apresentou tempo de presa maior do que o reparador (Biodentine™). Isto pode ser justificado por apresentar maior tamanho de partícula e menor área superficial do que Biodentine™.

Os grupos de C₃S puro apresentaram comportamento peculiar. O C₃S Bruto, que apresentou área superficial menor devido ao maior tamanho de partículas (próximo ao BioRoot™), provavelmente reagiu adequadamente com a quantidade de água estabelecida do estudo, apresentando assim, o menor tempo de presa. O C₃S moído apresentou uma área superficial maior, aproximando-se da área superficial do Biodentine™ e tempo de presa maior do que o C₃S bruto, o qual não era o esperado, já que este apresenta área superficial maior. Podemos justificar este fato por ter sido utilizado a mesma quantidade de água, já que Orstavik⁴³⁾ relata que quanto menor a partícula e maior a área superficial é necessária maior quantidade de água para a hidratação. O mesmo ocorreu com a amostra de C₃S super moído, que apresentou um tempo de presa ainda maior que as outras amostras. Esse fato ocorreu pelo fato do C₃S super moído possuir uma área superficial maior que as outras amostras, sendo assim necessita aumentar a hidratação do material, para acelerar o tempo de presa⁴³⁾.

O processo de hidratação do C₃S está diretamente relacionado a quantidade de água e cura úmida que podem influenciar na bioatividade. Tanto DSC quanto teste ANSI/ADA, o meio não reproduz a clínica, as amostras são testadas a temperatura ambiente e não ficam em contato com umidade. Sugere-se como trabalho futuro um experimento onde as amostras fiquem submersas em água e fluido tissular simulado por 7 dias e 28 dias a 36,5 °C, sendo possível verificar as fases cimentícias até maturação de sua matriz e posteriormente análise em FTIR (Espectroscopia no

infravermelho com transformada de Fourier) para determinar as reações químicas presentes.

5. CONCLUSÃO

- O tempo de presa indicado pelas marcas comerciais nas instruções de uso dos cimentos é o tempo de presa, mas não fornece o tempo de maturação do material;
- O cimento biocerâmico reparador apresentou partículas menores e menor tempo de presa e o cimento obturador partículas maiores e tempo de presa maior;
- Os três tamanhos de partícula de C₃S estudadas sofrem processo de hidratação, mas a quantidade de água deve ser ajustada de acordo com o tamanho da partícula de cada grupo;
- Para utilizar o C₃S super moído como base de um cimento biocerâmico será necessário acrescentar um dispersante para que as partículas muito finas não aglomerem.

REFERÊNCIAS

- 1) Sinhoreti, MAC; Vitti, RP; Correr-Sobrinho, L. Biomateriais na Odontologia: panorama atual e perspectivas futuras. Rev. Assoc. Paul. Cir. Dent. vol.67, n.4, pp. 256-261. 2013. ISSN 0004-5276.
- 2) Guastaldi, AC, Aparecida, AH. Fosfatos de cálcio de interesse biológico: importância como biomateriais, propriedades e métodos de obtenção de recobrimentos. Quim. Nova, Vol. 33, No. 6, 2010. 1352-1358.
- 3) Koch KA, Brave DG, Nasseh AA. Bioceramic technology: closing the endo-restorative circle, Part I. Dent Today. Feb. 2010. 29(2):100-5.
- 4) Raghavendra SS, Jadhav GR, Gathani KM, Kotadia P. Bioceramics in Endodontics – A Review. J Istanbul Univ Fac Dent. 2017.; 51(3 Suppl 1):S128-S137.
- 5) Belío-Reyes IA; Bucio L; Cruz-Chavez E. Phase composition of proroot mineral trioxide aggregate by X-Ray powder diffraction. J Endod 2009; 35: 875-878.
- 6) Camilleri J, Cutajar A, Mallia B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-endfilling material. Dent Mater J 2011; 27: 845-854.
- 7) Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physico chemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. J Endod 2005; 31:97-100
- 8) Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. Biomineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid. J Endod 2009; 35: 731-736.

- 9) Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. A phosphate-buffered saline intracanal dressing improves the biomineralization ability of mineral trioxide aggregate apical plugs. *J Endod.* 2010 Oct;36(10):1648-52. doi: 10.1016/j.joen.2010.06.014.
- 10) Tay FR, Pashley DH, Rueggeberg FA, Loushine RJ, Weller RN. 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* 2007; 33:1347-1351
- 11) Tingey, M. C; Bush, P; Levine, M. S. Analysis of mineral trioxide aggregate surface when set in the presence of fetal bovine serum. *J Endod.* V.34, n.1, p.45-9, 2008.
- 12) Han, L; Okiji, T; Okawa, S. Morphological and chemical analysis of different precipitates on mineral trioxide aggregate immersed in different fluids. *Dent Mater J.* V.29, n.5, p.512-7, 2010.
- 13) Gandolfi M et al. Apatite formation on bioactive calcium-silicate cements for dentistry affects surface topography and human marrow stromal cells proliferation. *Dent Mater J* 2010; 26: 974-992.
- 14) Camilleri J, Cutajar A, Mallia B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-endfilling material. *DentMater J* 2011; 27: 845-854.
- 15) Han, L, Okiji, T. Bioactivity evaluation of three calcium silicate-based endodontic materials. *Int Endod J.* V.46, n.9, p.808-14, 2013.
- 16) Camilleri, J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. *Int. Endod. J.* V.41, p.408–17, 2008a.
- 17)_____. The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use. *Int. Endod. J.* V. 41, n.2, p.151-7, feb., 2008b.
- 18) Gandolfi, M et al. Ion release, porosity, solubility, and bioactivity of MTA Plus tricalcium silicate. *J Endod.* V.40, n.10, p.1632-7, 2014.
- 19) Kim, JR; Nosrat, A; Fouad, A. F. Interfacial characteristics of Biodentine and MTA with dentine in simulated body fluid. *J Dent.* V.43, n.2, p.241-7, 2015.
- 20) Xuereb, M et al. Development of novel tricalcium silicate-based endodontic cements with sintered radiopacifier phase. *Clin Oral Investig.* V.20, n.5, p.967-82,2016.
- 21) Jain, PRM. The rise of bioceramics in endodontics: A review. *Int. J. Pharm. Biol. Sci.* 2015, 6, 416–422.
- 22) Zang H, Shen Y, Ruse ND, Haapasalo M. Antibacterial activity of endodontic sealers by modified direct contact test against *Enterococcus faecalis*. *J Endod.* 2009. 35(7):1051-5.
- 23) Faraoni, G, Finger MS; Masson MC; Victorino FR. Avaliação comparativa do escoamento e tempo de presa do cimento MTA Fillapex®. *RFO UPF, Passo Fundo, v. 18, n. 2, p.180-184, mai/ago. 2013.*

- 24) Mendes AT, Silva PB, Só BB, Hashizume LN, Vivan RR, Rosa RA, Duarte MAH, SÓ MVR. Evaluation of Physicochemical Properties of New Calcium Silicate-Based Sealer. *Brazilian Dental Journal*, 2018 29(6), 536–540. doi:10.1590/0103-6440201802088
- 25) Allan NA, Walton RE, Shaffer M. Setting time for endodontic sealers under clinical usage and in vitro conditions. *J Endod* 2001. 27(6):421-3.
- 26) Al-Haddad A, Aziz, Zaca. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. *Int J Biomater*, Baltimore, v. 2016, p.1-10, 2016.
- 27) Arx, TV, Jensen, SS, Hanni, S, et al. Five-Year Longitudinal assessment of the prognosis of apical microsurgery. *J. Endod.* 2012; 38: 570-9. 2.
- 28) Arx, TV, Penarrocha, M, Jensen, SS. Prognostic factors in apical surgery with root-end filling: a meta-analysis. *J. Endod.* 2010; 36: 957-73.
- 29) American National Standards Institute /American Dental Association (ANSI/ADA). Specification no 57 – 2000: Endodontic Sealing Materials. Reaffirmed by ANSI; 2012.
- 30) Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2007. 40(6), 462-70
- 31) Koch K, Brave D. Bioceramic technology – the game changer in endodontics. *Endodontic Practice.* 2009;(April):13–7. 16.
- 32) Shokouhinejad N, Gorjestani H, Nasseh AA, Hoseini A, Mohammadi M, Shamschiri AR. Push-out bond strength of gutta-percha with a new bioceramic sealer in the presence or absence of smear layer. *Aust Endod J.* 2011;39(3):102–6.
- 33) Holland, R.; *et al.* Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. *Braz. Dent. J.* v. 2, n. 12, p.109-13, Apr. 2001.
- 34) Fridland, M.; Rosado, R. MTA Solubility: a long term study. *J. Endod.* v. 31, n. 5, p. 376-9, May 2005.
- 35) Camilleri, J.; *et al.* The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dent. Mater.* v. 21, n. 4, p. 297-303, Apr 2005.
- 36) Camilleri, J. The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use. *Int. Endod. J.*, v. 41, n. 2, p. 151-7, Feb 2008.
- 37) Pariookh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part III: clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. *J Endod.* 2010;36:400–13.
- 38) Shen Y, Peng B, Yang Y, Ma J, Haapasalo M. What do different tests tell about the mechanical and biological properties of bioceramic materials? *Endod Topics.* 2015; 32:47–85
- 39) Dedavid BA, Gomes CI, Machado G. Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores [recurso eletrônico]–Porto Alegre : EDIPUCRS, 2007.

- 40) Brunauer S, Emmett PH, Teller E. Journal of American Chemical Society, 1938, 60, 309.
- 41) Anusavice, KJ. (Ed.). Materiais dentários. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005. 764p. ISBN 9788535215328.
- 42) Castro AL, Pandolfelli VC. Revisão: Conceitos de dispersão e empacotamento de partículas para a produção de concretos especiais aplicados na construção civil. Departamento de Engenharia de Materiais - DEMa, Universidade Federal de S. Carlos. Cerâmica 55. p. 18-32. 2009.
- 43) Orstavik D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. Endod Topics 2005; 12(1):25-38.

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).

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 SUPERSCRIPIT 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.