



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
FACULDADE DE FARMÁCIA, ODONTOLOGIA E ENFERMAGEM
CURSO DE ODONTOLOGIA**

ANA CAROLINA DE FIGUEIREDO COSTA

**AVALIAÇÃO *IN VITRO* DE RESINAS ORTODÔNTICAS AUTOADESIVAS
EXPERIMENTAIS ASSOCIADAS A BRÁQUETES CERÂMICOS**

FORTALEZA

2017

ANA CAROLINA DE FIGUEIREDO COSTA

AVALIAÇÃO *IN VITRO* DE RESINAS ORTODÔNTICAS AUTOADESIVAS
EXPERIMENTAIS ASSOCIADAS A BRÁQUETES CERÂMICOS

Trabalho de Conclusão do Curso apresentado à
Coordenação do Curso de Odontologia da
Universidade Federal do Ceará como requisito
parcial para obtenção do título de Graduação
em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão
Sabóia.
Coorientador: Prof. Dr. Victor Pinheiro Feitosa.

FORTALEZA

2017

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca Universitária
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

C87a Costa, Ana Carolina de Figueiredo.
Avaliação in vitro de resinas ortodônticas autoadesivas experimentais associadas a bráquetes cerâmicos /
Ana Carolina de Figueiredo Costa. – 2017.
36 f. : il.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Faculdade de Farmácia,
Odontologia e Enfermagem, Curso de Odontologia, Fortaleza, 2017.
Orientação: Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão Sabóia.
Coorientação: Prof. Dr. Victor Pinheiro Feitosa.

1. Odontologia. 2. Materiais dentários. 3. Ortodontia. I. Título.

CDD 617.6

ANA CAROLINA DE FIGUEIREDO COSTA

AVALIAÇÃO *IN VITRO* DE RESINAS ORTODÔNTICAS AUTOADESIVAS
EXPERIMENTAIS ASSOCIADAS A BRÁQUETES CERÂMICOS

Trabalho de Conclusão do Curso apresentado à
Coordenação do Curso de Odontologia da
Universidade Federal do Ceará como requisito
parcial para obtenção do título de Graduação
em Odontologia. Área de concentração:
Materiais dentários.

Aprovada em: ____/____/_____.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão Sabóia (Orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Victor Pinheiro Feitosa (Coorientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Ms. Lidiane Costa de Souza
Universidade Federal do Ceará (UFC)

A Deus.

Aos meus pais, Carla Ivana e Osório.

AGRADECIMENTOS

A Deus, fonte de amor incondicional e a quem confio minha vida. Obrigada por iluminar os meus caminhos.

À minha mãe, Carla Ivana (*in memoriam*), por ter sido tão presente em minha educação e em minha vida. Sou grata por cada ensinamento, cada palavra de incentivo, cada sorriso de admiração, cada momento de felicidade e cada gesto de amor e de dedicação a mim. Sei que agora tenho um anjo no céu iluminando meus objetivos.

Ao meu pai, Francisco Osório, pelo constante esforço e apoio aos meus estudos e pelo carinho e amor por mim. És um exemplo de ser humano e de profissional de saúde, no qual deposito imensa admiração e em que me espelho.

Aos meus avós, Chico, Norma e Elizete, por sempre torcerem para minha felicidade e conquistas. Agradeço-lhes também pelo apoio nos momentos difíceis.

Aos colegas da turma Odontologia UFC 2017.2, com os quais pude compartilhar, durante cinco anos, momentos de felicidade, aprendizado, crescimento e frustrações.

Ao corpo docente e aos funcionários da Universidade Federal do Ceará, que são responsáveis por tornar essa instituição uma referência de ensino no país.

À minha primeira orientadora da faculdade, Delane Viana Gondim, por me receber de braços abertos na iniciação científica. Obrigada por cada ensinamento, experiência, confiança e por despertar em mim o amor pela pesquisa na área de ciências morfológicas. Espero retribuir isso, com dedicação e empenho, como sua orientanda no mestrado.

À minha tutora Ana Paula Negreiros Nunes Alves, que acompanhou o meu amadurecimento acadêmico durante três anos no grupo PET-Odontologia e um ano no projeto Dr. Sorriso. És uma profissional admirável e um símbolo de competência em sua área de atuação. Seus ensinamentos tiveram grande importância para a minha formação na Universidade.

Ao grupo PET-Odontologia, minha família na faculdade. Nesse programa, tive a oportunidade de crescer como ser humano e como profissional. Além disso, construí laços de amizade que quero levar para toda a vida.

Ao projeto Rondon na UFC, por despertar meu lado humanitário na Odontologia e pelos amigos pessoais que pude conquistar.

Ao Laboratório do Programa de Pós-graduação em Odontologia da UFC, local em que tive a oportunidade de executar minha pesquisa de TCC. Sou grata pelo acolhimento, pelos ensinamentos e pela disponibilidade dos colegas ali presentes. Em especial, ao doutorando

Felipe Franco Marçal, por confiar a mim trabalhos científicos que contribuíram para meu aprendizado acadêmico.

Ao meu orientador na área de materiais dentários, Victor Pinheiro Feitosa, um pesquisador que une dedicação, conhecimento e humildade. Obrigada pela oportunidade de poder realizar, ao seu lado, pesquisas tão relevantes.

Ao meu orientador de TCC, Vicente de Paulo Aragão Saboia, pela disponibilidade, pelos conhecimentos repassados e pelas críticas construtivas que contribuíram para a finalização desse trabalho.

À banca examinadora, pelas considerações que certamente contribuirão para o engrandecimento do trabalho realizado.

“Conheça todas as teorias, domine todas as técnicas, mas ao tocar uma alma humana, seja apenas outra alma humana.” Carl Jung

RESUMO

Objetivos: Avaliar grau de conversão, resistência à flexão, resistência de união ao cisalhamento antes e depois da termociclagem de resinas ortodônticas autoadesivas experimentais com bráquetes cerâmicos e o padrão de fratura após simulação de remoção clínica.

Materiais e Métodos: Os monômeros funcionais ácidos MDP (10-metacriloiloxi-decilo-dihidrogeno-fosfato) e GDMA-P (glicerol-dimetacrilato-fosfato) foram usados nas resinas ortodônticas autoadesivas experimentais. Estas foram comparadas à mesma resina experimental (sem monômero ácido) no grupo Controle Positivo (com condicionamento ácido e adesivo) e no grupo Controle Negativo (sem condicionamento ácido nem adesivo). O grau de conversão foi avaliado por micro-espectroscopia Raman. Bráquetes cerâmicos foram colados em dentes bovinos e a resistência ao cisalhamento foi avaliada antes e após 2.000 ciclos térmicos. Para avaliação do padrão de fratura clínica, espécimes representativos de cada grupo foram removidos manualmente com um alicate específico e analisados em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados foram analisados por ANOVA e teste de Tukey pós-hoc ($p < 0,05$).

Resultados: O grau de conversão da resina controle ($84,5 \pm 4,3\%$) foi significativamente superior ($p < 0,05$) ao GDMA-P e MDP ($58,8 \pm 4,0\%$ e $23,0 \pm 5,2\%$, respectivamente). O teste de flexão de três pontos não mostrou diferença significativa entre as resinas ($p = 0,451$). Na adesão, o Controle Positivo ($8,47 \pm 0,88$ MPa) e o MDP ($7,07 \pm 2,69$ MPa) obtiveram maiores resultados antes da termociclagem, sem diferença estatística entre eles. A resistência ao cisalhamento reduziu estatisticamente para todos os grupos após a termociclagem ($p < 0,05$). O padrão de fratura predominante do Controle Positivo e MDP foi fratura mista e dos demais grupos foi adesiva.

Conclusão: A resina ortodôntica com MDP obtém adesão semelhante ao da resina convencional de três passos, com propriedades mecânicas e padrão de fratura semelhantes. No entanto, a presença de monômero ácido funcional reduz o grau de conversão.

Palavras-chave: Odontologia; Materiais dentários; Ortodontia.

ABSTRACT

Objectives: To evaluate the degree of conversion, flexural strength, shear bond strength before and after the thermal cycling of experimental autoadhesive orthodontic resins with ceramic brackets and the fracture pattern after simulation of clinical removal.

Materials and Methods: The functional monomers MDP (10-methacryloyloxy-decyl-dihydrogen phosphate) and GDMA-P (glycerol-dimethacrylate-phosphate) acids were used in experimental autoadhesive orthodontic resins. These were compared to the same experimental resin (without acid monomer) in the Positive Control group (with acid and adhesive conditioning) and in the Negative Control group (without acid or adhesive conditioning). The degree of conversion was evaluated by Raman micro-spectroscopy. Ceramic brackets were glued to bovine teeth and the shear strength was evaluated before and after 2000 thermal cycles. For evaluation of the clinical fracture pattern, representative specimens of each group were removed manually with a specific pliers and analyzed by scanning electron microscopy. The results were analyzed by ANOVA and Tukey post-hoc test ($p < 0.05$).

Results: The degree of conversion of the control resin ($84.5 \pm 4.3\%$) was significantly higher ($p < 0.05$) to GDMA-P and MDP ($58.8 \pm 4.0\%$ and $23.0 \pm 5\%$, respectively). The three-point flexural test showed no significant difference between the resins ($p = 0.451$). At adhesion, Positive Control (8.47 ± 0.88 MPa) and MDP (7.07 ± 2.69 MPa) obtained higher results before thermocycling, with no statistical difference between them. The shear strength was statistically reduced for all groups after thermocycling ($p < 0.05$). The predominant fracture pattern of the Positive Control and MDP was mixed fracture and the other groups were adhesive.

Conclusion: MDP orthodontic resin obtains similar adhesion to conventional three-step resin with similar mechanical properties and fracture pattern. However, the presence of functional acid monomer reduces the degree of conversion.

Keywords: Dentistry; Dental materials; Orthodontics.

RESUMO

AVALIAÇÃO IN VITRO DE RESINAS ORTODÔNTICAS AUTOADESIVAS EXPERIMENTAIS ASSOCIADAS A BRÁQUETES CERÂMICOS

In vitro evaluation of experimental self-adhesive orthodontic resins associated with ceramic brackets

Ana Carolina de Figueiredo Costa^a, Victor Pinheiro Feitosa^{b,c}, Vicente de Paulo Aragão Sabóia^d, Felipe Franco Marçal^{c,e}, Nara Juliana Custódio de Sena^e, Diego Martins de Paula^{c,e}.

^a Aluno de graduação, Departamento de Clínica Odontológica, curso de Odontologia Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-Ce, Brasil.

^b DDS, MSc, PhD, Professor Colaborador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia (PPGO) da Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-Ce, Brasil.

^c Professor da Faculdade Paulo Pincanço, curso de Odontologia, Fortaleza-Ce, Brasil.

^d DDS, MSc, PhD, Professor Adjunto, Departamento de Clínica Odontológica, curso de Odontologia Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-Ce, Brasil.

^e Aluno de doutorado, Programa de Pós-Graduação em Odontologia (PPGO) da Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-Ce, Brasil.

*Endereço para correspondência:
Ana Carolina de Figueiredo Costa
Rua Alerta, 14 – Farias Brito, Fortaleza-Ce, Brasil. CEP: 60015-170.
Fone: +55 85 999725140
E-mail: carolinafigueired@gmail.com

*Endereço do autor:
Ana Carolina de Figueiredo Costa
Rua Alerta, 14 – Farias Brito, Fortaleza-Ce, Brasil. CEP: 60015-170.
Fone: +55 85 999725140
E-mail: carolinafigueired@gmail.com

APRESENTAÇÃO

Este trabalho de conclusão de curso (TCC) está de acordo com o formato alternativo para TCCs, que permite a inserção de artigos científicos de autoria do candidato. Assim, este trabalho é composto de um artigo científico que será submetido ao periódico “Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials”. As normas do referido periódico encontram-se em anexo.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	MATERIAIS E MÉTODOS	16
3	RESULTADOS	19
4	DISCUSSÃO	20
5	CONCLUSÃO	23
	REFERÊNCIAS	24
	APÊNDICES	27
	NORMAS DA REVISTA.....	29

1 Introdução

O protocolo convencional de colagem de bráquetes considerado padrão ouro apresenta como etapas o condicionamento ácido do esmalte com ácido fosfórico 37% e a aplicação de adesivo para posterior aplicação da resina ortodôntica (Rajagopal et al., 2004; Bishara et al., 2005). A introdução do condicionamento ácido de esmalte para a colagem de aparelhos ortodônticos fixos foi uma das mudanças mais significativas na Ortodontia (Buonocore, 1955; Rensch, 1973). Ele promove microrretrações na superfície do esmalte, auxiliando no processo de fixação do bráquete. Contudo, ele pode causar danos irreversíveis à superfície do esmalte e tornar o processo de descolagem de bráquetes mais difícil (Buonocore, 1955; Olsen et al., 1966).

Sabe-se que os bráquetes cerâmicos são parte integrante da prática clínica ortodôntica devido à sua vantagem estética (Russel, 2005; Swartz, 1988). Entretanto, um problema comum citado na literatura é a sua alta friabilidade, que pode vir a despadronizar a remoção da peça como monobloco e ocasionar com mais frequência a fratura do esmalte dental no processo de remoção manual do aparelho fixo (Ghafari, 1992; Crooks et al., 1997). Uma possível alternativa para reduzir esse problema seria o uso de uma resina ortodôntica cuja resistência de união não fosse muito elevada a ponto de dificultar a descolagem do bráquete e, ocasionalmente, danificar a estrutura do dente ao final do tratamento (Rajagopal, 2004; Arnold et al., 2002), e que fosse capaz de promover uma boa resistência de união entre o bráquete e o esmalte durante todo o tratamento (Ødegaard and Segner, 1988; Gwinnett, 1988). Aliado a isso, o desenvolvimento de uma resina autoadesiva simplificaria o processo de colagem de bráquetes, reduzindo o seu tempo clínico.

Os efeitos das resinas autoadesivas na resistência ao cisalhamento de bráquetes ortodônticos metálicos estão bem documentados na literatura científica atual (Rajagopal, 2004; Arnold et al., 2002; Mirzakouchaki et al., 2012; Ozer et al., 2013). Entretanto, estudos acerca das propriedades mecânicas e adesão desses materiais associados a bráquetes cerâmicos são escassos. Além disso, é interessante avaliar as propriedades físico-químicas de novas resinas autoadesivas e o seu padrão de fratura na superfície de esmalte após a remoção manual do bráquete a fim de verificar uma possível redução dos danos decorrentes desse processo.

O objetivo do presente estudo *in vitro* foi avaliar grau de conversão, resistência à flexão, resistência de união ao cisalhamento antes e depois da termociclagem de resinas ortodônticas autoadesivas experimentais associadas a bráquetes cerâmicos e o padrão de

fratura após simulação de remoção clínica do bráquete. As hipóteses testadas foram: (1) As resinas ortodônticas experimentais apresentam propriedades fisico-químicas semelhantes à resina controle convencional; (2) As resinas ortodônticas experimentais têm resistência de união ao esmalte similar à resina controle convencional; (3) As resinas experimentais promovem menor dano à superfície do esmalte após remoção manual dos bráquetes do que a resina controle.

2 Materiais e Métodos

2.1. Formulação das resinas experimentais

A resina controle teve composição similar à Transbond XT (3M ESPE). Nas resinas experimentais, os monômeros ácidos funcionais glicerol-dimetacrilato-fosfato (GDMA-P, doados pela empresa Yller Biomateriais, Pelotas, Brasil) e 10-metacriloiloxi-decil-dihidrogeno-fosfato (MDP, dado pela empresa Yller Biomateriais, Pelotas, Brasil) foram adicionados em 30% em peso da fase monomérica. A fase monomérica foi composta também por BisGMA (em torno de 58% em peso) e TEGDMA (em torno de 12% em peso). O sistema fotoiniciador foi uma combinação de canforoquinona+amina terciária (CQ+DMAEMA, 1% em peso cada). As partículas de carga foram de vidro de bário silanizado (dado pela empresa Esstech Inc., Essington, EUA) adicionadas em 60% em volume da massa de compósito. Um compósito experimental sem monômero ácido foi preparado, bem como um adesivo experimental constituído de TEGDMA (em torno de 60% em peso) e UDMA (em torno de 40% em peso) com o mesmo sistema fotoiniciador.

2.2. Propriedades físico-químicas

2.2.1. Grau de conversão

O grau de conversão das resinas experimentais e da resina controle foi avaliado seguindo um protocolo descrito anteriormente (Ogliari et al., 2008). Em resumo, três miligramas foram analisados usando a Espectroscopia Raman (Xplora, Horiba JoinYvon, Paris, France) por meio da relação dos picos 1610/1637cm-1.

2.2.2. Flexão de três pontos

Os espécimes em forma de barras das resinas experimentais e da resina controle foram criados utilizando moldes de silicone ($n = 4$). As amostras tinham as dimensões de 0,5 mm de espessura, 1 mm de largura e 8mm de comprimento. As resinas foram inseridas nos moldes sem evaporação do solvente. Uma tira de poliéster foi colocada sobre as resinas e na parte superior da amostra foi colocada a ponta do LED DB-685 (1100 mW/cm²; Dabi Atlante, Ribeirao Preto, Brasil) por 40 s. O diâmetro da ponta (10 mm) cobriu todo o espécime

permitindo uma única ativação para cada amostra. Os espécimes foram removidos dos moldes cuidadosamente e armazenados em ambiente com 100% de umidade relativa durante 24 h. Antes do teste, as barras de resinas foram medidas usando um paquímetro digital. Posteriormente, os espécimes foram submetidos ao teste de flexão de três pontos em uma Máquina de Ensaio Universal (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, Brazil) com uma carga de 500 N e uma velocidade de 0,5 mm/min.

2.2.3. Resistência de união

2.2.3.1. Seleção e preparação das amostras

Dentes bovinos com superfícies de esmalte íntegras foram selecionados, limpos e armazenados em solução neutra de timol 0,1% 37 °C. As raízes foram seccionadas perpendicularmente ao longo eixo do dente na junção amelocementária em máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL) com disco diamantado em baixa velocidade e refrigeração com água e posteriormente descartadas. Os fragmentos de esmalte da coroa foram embutidos em resina acrílica transparente (marca JET, manipulada de acordo com o fabricante).

Os bráquetes cerâmicos (Morelli®) foram colados na superfície vestibular dos fragmentos de dentes bovinos e os grupos foram definidos de acordo com a resina ortodôntica utilizada e com a aplicação de termociclagem (2.000 ciclos entre 5 ± 2 °C e 55 ± 2 °C por 15 segundos cada - TC45, Peter Huber Kältemaschinenbau AG, Germany), conforme **Tabela 1**. Nos grupos sem condicionamento, a superfície foi seca através de um jato de ar à 10 cm de distância antes da inserção da resina. No grupo controle positivo foi realizado o condicionamento com gel de ácido fosfórico 37% (FGM, Santa Catarina, Brasil) por 30 segundos, depois lavagem pelo dobro do tempo e secagem vigorosa; aplicação do adesivo experimental e fotopolimerização utilizando um aparelho de LED DB-685 (1100 mW/cm²; Dabi Atlante, Ribeirao Preto, Brasil) por 40 segundos.

2.2.3.2. Teste de resistência ao cisalhamento

As amostras foram submetidas ao teste resistência ao cisalhamento com cinzel na máquina de ensaio universal (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, Brasil) a uma velocidade de

1mm/min., utilizando célula de carga de 500N, até ocorrer ruptura do espécime. A ponta ativa do cinzel foi posicionada no sentido ocluso gengival, o mais próximo da superfície do esmalte e a resistência de união foi obtida em Megapascal (MPa). Após a execução desse teste, as amostras foram analisadas no microscópio óptico (Leica, Heidelberg, Alemanha) com um aumento de 60x para verificação da fratura predominante. As fraturas do teste de cisalhamento foram classificadas em: adesiva, quando ocorreu somente na interface cimento e bráquete/dente; coesiva em bráquete, quando houve a fratura do bráquete; coesiva em compósito, quando ocorreu fratura totalmente coesiva no cimento; e mista, quando ocorreu falha parcial na interface de união e parcial coesiva no cimento.

2.2.3.3. Padrão de fratura clínica

Dois espécimes representativos de cada grupo foram analisados para avaliar essa variável através de uma simulação clínica da remoção do bráquete com um alicate ortodôntico específico realizada por um mesmo operador com experiência e treinamento prévio. O tipo de fratura foi analisado em microscópio eletrônico de varredura (Quanta FEG 450, FEI, Amsterdam, Netherlands e Inspect, FEI, Amsterdam, Netherlands) com um aumento de 100x. O tipo de fratura teve a mesma classificação da análise anterior do cisalhamento.

2.2.4. Análise estatística:

O teste Análise de Variância (ANOVA) bidirecional foi utilizado para determinar as diferenças estatisticamente significativas da resistência ao cisalhamento. Os dados do módulo de flexão e de grau de conversão foram analisados estatisticamente utilizando ANOVA um fator e teste de Tukey. Os dados foram analisados usando o software estatístico SigmaStat 3.5 (Systat). Microsoft Word e Excel 2007 foram usados para gerar gráficos e tabelas. A diferença estatística foi considerada significativa se $p < 0,05$.

3 Resultados

Os resultados (médias e desvios padrão) do grau de conversão são apresentados na **Tabela 2**. Os resultados estatísticos gerados pela comparação das resinas experimentais mostram que a resina controle obteve resultados significantemente maiores do que as resinas com monômeros ácidos funcionais ($p<0.05$). Os valores médios variaram do menor grau de conversão (23,05%) usando a resina com MDP para a maior (84,56%) usando a resina controle. A resina experimental com GDMA-P incorporado obteve um valor significantemente maior do que a com MDP.

O teste de flexão de três pontos pode ser observado na **Tabela 3**. Não foi verificada diferença estatisticamente significante entre os valores de resistência de flexão das resinas ($p<0,05$).

A análise estatística realizada no teste de resistência ao cisalhamento mostrou que o grupo controle positivo e o grupo com o monômero funcional MDP apresentaram os maiores resultados antes da termociclagem ($p=0,01$). Depois da termociclagem os valores de resistência reduziram significantemente e não houve diferença estatística entre os grupos ($p<0.05$). O padrão de fratura predominante dos grupos controle positivo e MDP foi fratura mista e dos demais grupos foi adesiva. Podemos observar os dados na **Tabela 4**.

Amostras representativas da análise do padrão de fratura clínica pode ser observada na **Figura 1**. O grupo com MDP obteve fratura mista no teste imediato e fratura mista e adesiva após termociclagem. O grupo com GDMA-P incorporado obteve fratura mista e adesiva e uma falha prematura. O grupo controle negativo obteve predominantemente fratura adesiva e duas falhas prematuras. O grupo controle positivo obteve falha mista e adesiva no imediato e após termociclagem.

4 Discussão

Os resultados do presente estudo mostram que as hipóteses foram rejeitadas. O grau de conversão da resina controle foi显著mente maior do que o das resinas experimentais, apesar de não haver diferença estatisticamente significante entre os valores de resistência à flexão das resinas. Em relação à resistência de união, apenas o grupo experimental com MDP apresentou resistência ao cisalhamento imediato semelhantes ao do grupo controle positivo.

Na presente investigação, o grau de conversão das resinas nas quais os monômeros funcionais ácidos foram incorporados obteve um resultado significativamente inferior ao da resina controle. Isso se deve ao fato desses monômeros serem mais hidrofílicos e apresentarem grupos fosfato, inibindo a polimerização pela reação ácido-base do monômero ácido funcional com a amina co-iniciadora (Hanabusa et al., 2016). Contudo, uma resina ortodôntica não necessita de um valor muito elevado para esse parâmetro, visto que ela permanecerá no meio intra-oral de forma temporária (Zope et al., 2016).

Comparando-se os grupos experimentais, a resina com GDMA-P incorporado apresentou um maior grau de conversão do que a resina com MDP. Esse resultado está relacionado à estrutura molecular dos monômeros funcionais ácidos. O GDMA-P é um di-metacrilato, conseguindo polimerizar cerca de duas vezes mais do que o MDP, que é um mono-metacrilato (Feitosa et al., 2014). Além disso, o MDP apresenta uma cadeia de carbono espaçadora maior, o que dificulta ainda mais o processo de polimerização por ter menor mobilidade molecular (Feitosa et al., 2014). É importante ressaltar que os resultados do grau de conversão *in situ* podem diferir dos obtidos nesse estudo, visto que, durante a aplicação da resina, o fosfato reage com a hidroxiapatita dissolvida o que leva a menor reação com a amina co-iniciadora, promovendo uma maior taxa de polimerização do que *in vitro* (Hanabusa et al., 2016).

Apesar de reduzir grau de conversão *in vitro*, o MDP realiza interações intermoleculares por força de Van Der Waals (Feitosa et al., 2014), aumentando as ligações cruzadas e as propriedades mecânicas (Ferracane et al., 2011). A resistência mecânica da resina ortodôntica é importante pois auxilia na dissipação de forças durante a mecânica do tratamento. Nesse estudo, o teste de flexão de três pontos mostrou que os monômeros funcionais ácidos não interferiram na resistência à flexão da resina controle, visto que não houve diferença estatisticamente significante entre os grupos. Provavelmente isso se deve ao

fato de que a melhoria das propriedades mecânicas dos sistemas adesivos que contém monômeros funcionais é obtida quando a resina interage quimicamente com o substrato do dente (Fukegawa et al., 2006; Van Landuyt et al., 2007) e não quando elas são avaliadas de maneira isolada em testes micromecânicos *in vitro*.

Na avaliação da resistência ao cisalhamento, os dois monômeros funcionais mostraram bom desempenho, assim como foi visto no estudo piloto que utilizou os monômeros funcionais ácidos MDP, GDMA-P e HEMA-P. Este último não foi incluído na pesquisa completa, pois apresentou uma resistência ao cisalhamento inferior à mínima clinicamente aceitável de 5 MPa (Reynolds, 1975). No presente estudo, os grupos com MDP e GDMA-P conseguiram aumentar a resistência de união em relação ao grupo controle negativo. Contudo, a resina ortodôntica com MDP foi a única cuja resistência de união foi igual à do grupo controle positivo antes e depois da termociclagem, sendo viável seu uso clinicamente. Atualmente, o MDP é considerado um monômero padrão ouro na formulação de sistemas adesivos autocondicionantes (Van Landuyt et al., 2008; Yoshida et al., 2004), pois apresenta um bom desempenho na força de união e nas propriedades físico-químicas dos sistemas adesivos autocondicionantes. Isso se deve à sua grande cadeia espaçadora hidrofóbica com dez carbonos que separam um grupo de metacrilato polimerizável de um grupo funcional ácido de di-hidrogênio-fosfato (Feitosa et al., 2014), reagindo quimicamente com a hidroxiapatita do esmalte através de uma forte ligação iônica (Van Meerbeek et al., 2003; Yoshida et al., 2000). Analisando os resultados desse parâmetro após a termociclagem, verificou-se que os valores reduziram consideravelmente. Este processo possui a capacidade de degradar a união da resina ao substrato. Apesar de ser um desafio para os pesquisadores, a termociclagem é um método bastante utilizado para envelhecer amostras *in vitro* (Rêgo et al., 2016).

Foi observado na avaliação do padrão de fratura que o MDP gerou resultados semelhantes ao controle positivo, já os grupos com GDMA-P apresentaram maior número de falha adesiva devido à sua menor adesão química ao substrato, independentemente da termociclagem. O grupo controle negativo apresentou grande número de falhas prematuras e pouco condicionamento, indicando uma baixa adesão. O controle positivo apresentou falhas mista/adesiva gerando fraturas de esmalte e remanescentes de resinas que são mais difíceis de remover sem danificar a superfície do dente.

Os resultados do presente estudo se aplicam aos bráquetes cerâmicos, podendo variar em outros tipos de acessórios ortodônticos. Os bráquetes cerâmicos fazem parte do objeto de estudo dessa pesquisa devido ao aumento da sua popularidade na clínica ortodôntica e aos

problemas decorrentes de sua alta friabilidade citados na literatura (Russell, 2005; Swartz, 1988; Ghafari, 1922). Esta alta friabilidade pode, no processo de descolagem do aparelho fixo, despadronizar a remoção manual do bráquete como monobloco, podendo ocasionar danos à superfície de esmalte (Ghafari, 1922; Crooks et al., 1997), que muitas vezes não acontecem durante o teste de cisalhamento com cinzel.

A colagem direta de bráquetes ortodônticos ao esmalte dentário possibilitou grandes avanços na Ortodontia, dispensando o processo de bandagem de todos os elementos dentários, otimizando tempo clínico, estética e manutenção da higiene do paciente (Buonocore, 1955; Rensch, 1973). Entretanto, a etapa de condicionamento ácido forma microrretenções mecânicas que levam à perda de esmalte superficial e ao enfraquecimento do esmalte subterrâneo, podendo levar à fratura de sua superfície no processo de remoção do bráquete ao fim do tratamento ortodôntico (Kim et al., 2005). Sabe-se que os sistemas adesivos autocondicionantes produzem um padrão de ataque ácido mais leve do que ao ataque ácido convencional com ácido fosfórico à 37%, levando a uma menor perda de esmalte (Hosein et al., 2004). Seu ingrediente ativo é o éster de ácido fosfórico metacrilado, que dissolve o cálcio, remove-o da hidroxiapatita e, ao invés de ser enxaguado, ele forma um complexo com o grupo fosfato que é incorporado após a iniciação da polimerização (Cal-Neto & Mendes-Miguel, 2008; Cinader, 2011). Diante disso, o uso de uma resina ortodôntica simplificada, que dispense o condicionamento ácido convencional e a aplicação de adesivo, seria uma boa solução para reduzir a possibilidade de danos ao esmalte e, consequentemente, reduziria o tempo clínico, a sensibilidade técnica e o custo no processo de colagem de bráquetes.

5 Conclusão

A resina ortodôntica experimental com MDP incorporado alcançou desempenho de resistência ao cisalhamento similar à resina convencional e propriedades mecânicas semelhantes. No entanto, a presença de um monômero ácido funcional reduziu o grau de conversão da polimerização.

Reconhecimentos

Esta pesquisa não recebeu nenhuma concessão específica de agências de financiamento no setor público, comercial ou setores sem fins lucrativos.

Referências

- Arnold, R. W., Combe, E. C., Warford, J. H., 2002. Bonding of stainless steel brackets to enamel with a new self-etching primer. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 122, 274-276.
- Bishara, S. E., Oonsombat, C., Soliman, M. M., Warren, J. J., Laffoon, J. F., & Ajlouni, R., 2005. Comparison of bonding time and shear bond strength between a conventional and a new integrated bonding system. *Angle Orthod.* 75, 237-242.
- Buonocore, M. G., 1955. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 34, 849-853.
- Cal-Neto, J. P., Mendes-Miguel, J. A., 2006. Scanning electron microscopy evaluation of the bonding mechanism of a self-etching primer on enamel. *Angle Orthod.* 76, 132-136.
- Cinader, D., 2001. Chemical processes and performance comparisons of Transbond plus self-etching primer. *Orthod Perspec.* 8, 5–6.
- Crooks, M., Hood, J., Harkness, M., 1997. Thermal debonding of ceramic brackets: an in vitro study. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 111, 163-172.
- Feitosa, V. P., Sauro, S., Ogliari, F. A., Stansbury, J. W., Carpenter, G. H., Watson, T. F., Sinhoreti, M. A., Correr, A. B., 2014. The role of spacer carbon chain in acidic functional monomers on the physicochemical properties of self-etch dental adhesives. *J Dent.* 42, 565-574.
- Ferracane, J. L., Stansbury, J. W., Burke, F. J. T., 2011. Self-adhesive resin cements—chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil.* 38, 295-314.
- Fukegawa, D., Hayakawa, S., Yoshida, Y., Suzuki, K., Osaka, A., Van Meerbeek, B., 2006. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *J Dent Res.* 85, 941-944.
- Ghafari, J., 1922. Problems associated with ceramic brackets suggest limiting use to selected teeth. *Angle Orthod.* 62, 145-152.
- Gwinnett, A. J., 1988. A comparison of shear bond strength of metal and ceramic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 93, 346-348.
- Hanabusa, M., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Okihara, T., Yamamoto, T., Momoi, Y., & Van Meerbeek, B., 2016. Interference of functional monomers with polymerization efficiency of adhesives. *Eur J Oral Sci.* 124, 204-209.
- Hosein, I., Sherriff, M., Ireland, A.J. Enamel loss during bonding, debonding, and cleanup with use of a self-etching primer., 2004. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 126, 717-724.
- Kim, M. J., Lim, B. S., Chang, W. G., Lee, Y. K., Rhee, S. H., & Yang, H. C., 2005. Phosphoric acid incorporated with acidulated phosphate fluoride gel etchant effects on bracket bonding. *Angle Orthod.* 75, 678-684.

- Mirzakouchaki, B., Kimyai, S., Hydari, M., Shahrbaft, S., Mirzakouchaki-Boroujeni, P., 2012. Effect of self-etching primer/adhesive and conventional bonding on the shear bond strength in metallic and ceramic brackets. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 17, 164-170.
- Ødegaard, J., & Segner, D., 1988. Shear bond strength of metal brackets compared with a new ceramic bracket. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 94, 201-206.
- Ogliari, F. A., Ely, C., Lima, G. S., Conde, M. C., Petzhold, C. L., Demarco, F. F., Piva, E., 2008. Onium salt reduces the inhibitory polymerization effect from an organic solvent in a model dental adhesive resin. *J. biomed. mater. res. B appl. biomater.* 86, 113-118.
- Olsen, M. E., Bishara, S. E., Boyer, D. B., & Jakobsen, J. R., 1996. Effect of varying etching times on the bond strength of ceramic brackets. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 109, 403-409.
- Ozer, M., Bayram, M., Dinciyurek, C., & Tokalak, F., 2013. Clinical bond failure rates of adhesive precoated self-ligating brackets using a self-etching primer. *Angle Orthod.* 84, 155-160.
- Rajagopal, R., Padmanabhan, S., & Gnanamani, J., 2004. A comparison of shear bond strength and debonding characteristics of conventional, moisture-insensitive, and self-etching primers in vitro. *Angle Orthod.* 74, 264-268.
- Rêgo, H. M., Alves, T. S., Bresciani, E., Niu, L. N., Tay, F. R., Pucci, C. R., 2016. Can long-term dentine bonding created in real life be forecasted by parameters established in the laboratory? *Sci Rep.* 6, 1-8.
- Rensch, J. A., 1973. Direct cementation of orthodontic attachments. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 63, 156-160.
- Reynolds, J. R. 1975. A review of direct bonding. *Br J Orthod.* 2, 171–80.
- Russell, J. S., 2005. Current products and practice: aesthetic orthodontic brackets. *J Orthod.* 32, 146-163.
- Swartz, M. L., 1988. Ceramic brackets. *J Clin Orthod.* 22, 82-88.
- Van Landuyt, K. L., Yoshida, Y., Hirata, I., Snauwaert, J., De Munck, J., Okazaki, M., Suzuki, K., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B., 2008. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. *J Dent Res.* 87, 757-761.
- Van Landuyt, K.L., Snauwaert, J., De Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., Coutinho, E., Suzuki, K., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B., 2007. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 28, 3757-3785.
- Van Meerbeek, B., Munck, J. D., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., Vanherle, G., 2003. Adhesion to Enamel and Dentin: Current Status and Future Challenges. *Oper Dent.* 28, 215-235.

Viazis, A. D., Cavanaugh, G., Bevis, R.R., 1990. Bond strength of ceramic brackets under shear stress: An in vivo report. *Am J Orth Dentofacial Orthop.* 98, 214-221.

Yoshida, Y., Nagakane, K., Fukuda, R., Nakayama, Y., Okazaki, M., Shintani, H., et al., 2004. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res.* 83, 454–458.

Yoshida, Y., Van Meerbeek, B., Nakayama, Y., Snauwaert, J., Hellmans, L., Lambrechts, P., Vanherle, G., Wakasa, K., 2000. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res.* 79, 709-714.

Zope, A., Zope-Khalekar, Y., Chitko, S.S., Kerudi, V. V., Patil, H. A., Bonde, P. V., Dolas, S. G., 2016. Comparison of Self-Etch Primers with Conventional Acid Etching System on Orthodontic Brackets. *J Clin Diagn Res.* 10, ZC19.

Apêndices

Quadro 1. Grupos da avaliação da resistência ao cisalhamento e do padrão de fratura clínica.

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO (n=12) / PADRÃO DE FRATURA CLÍNICA (n=2)		
Grupos		Descrição
Controle Positivo Imediato (POS-IM)	Controle Positivo Após Termociclagem (POS-TC)	Condicionamento ácido + aplicação do adesivo + inserção da controle
Controle Negativo Imediato (NEG-IM)	Controle Negativo Após Termociclagem (NEG-TC)	Inserção da resina controle
MDP Imediato (MDP-IM)	MDP Após Termociclagem (MDP-TC)	Inserção da resina com monômero MDP
GDMA-P Imediato (GDMA-P-IM)	GDMA-P Após Termociclagem (GDMA-P-TC)	Inserção da resina com monômero GDMA-P

Quadro 2. Resultados da avaliação do grau de conversão.

GRAU DE CONVERSÃO (%) (n=3)	
Resina controle	$84,6 \pm 4,3\%$ ^a
GDMA-P	$58,9 \pm 4,0\%$ ^b
MDP	$23,0 \pm 5,2\%$ ^c

Letras diferentes indicam diferença estatística ($p<0,05$).

Quadro 3. Resultados da avaliação da flexão de três pontos.

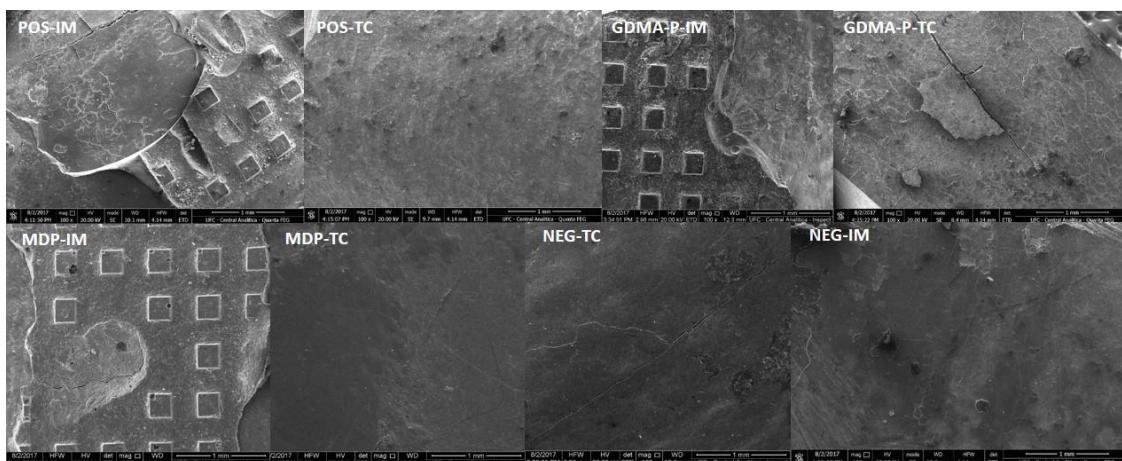
FLEXÃO DE TRÊS PONTOS (n=4)	
Resina controle	$47,9 \pm 25,8$ MPa ^a
GDMA-P	$52,4 \pm 12,2$ MPa ^a
MDP	$45,8 \pm 20,8$ MPa ^a

Letras diferentes indicam diferença estatística ($p<0,05$).

Quadro 4. Resultados da avaliação da resistência ao cisalhamento.

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO (n=12)					
Grupo	Imediato	Depois da termociclagem	Padrão de fratura		
			Mista	Coesiva	Adesiva
Positivo	8,47 ± 0,88 MPa ^{aA}	1,12 ± 0,52 Mpa ^{aB}	7/12	3/12	2/12
GDMA-P	6,17 ± 1,46 Mpa ^{bA}	1,34 ± 1,04 Mpa ^{aB}	4/12	-	8/12
MDP	7,07 ± 2,69 Mpa ^{abA}	1,45 ± 0,60 Mpa ^{aB}	6/12	4/12	2/12
Negativo	2,37 ± 1,81 Mpa ^{cA}	0,11 ± 0,27 Mpa ^{aB}	1/12	-	11/12

Letras diferentes indicam diferença estatística ($p<0,05$).

Figura 1. Análise do padrão de fratura clínica.

Micrografias de elétrons de varredura representativas de espécimes de dentes bovinos após remoção manual de bráquetes cerâmicos colados com resina controle ou experimental. Figs. POS-IM, GDMA-P-IM, GDMA-P-TC, MDP-IM demonstram fratura mista. Figs. MDP-TC, NEG-TC e NEG-IM demonstram fratura adesiva.

6 Normas da Revista

NEW SUBMISSIONS

Submission to this journal proceeds totally online and you will be guided stepwise through the creation and uploading of your files. The system automatically converts your files to a single PDF file, which is used in the peer-review process. As part of the Your Paper Your Way service, you may choose to submit your manuscript as a single file to be used in the refereeing process. This can be a PDF file or a Word document, in any format or layout that can be used by referees to evaluate your manuscript. It should contain high enough quality figures for refereeing. If you prefer to do so, you may still provide all or some of the source files at the initial submission. Please note that individual figure files larger than 10 MB must be uploaded separately.

References

There are no strict requirements on reference formatting at submission. References can be in any style or format as long as the style is consistent. Where applicable, author(s) name(s), journal title/book title, chapter title/article title, year of publication, volume number/book chapter and the pagination must be present. Use of DOI is highly encouraged. The reference style used by the journal will be applied to the accepted article by Elsevier at the proof stage. Note that missing data will be highlighted at proof stage for the author to correct.

Formatting requirements

There are no strict formatting requirements but all manuscripts must contain the essential elements needed to convey your manuscript, for example Abstract, Keywords, Introduction, Materials and Methods, Results, Conclusions, Artwork and Tables with Captions. If your article includes any Videos and/or other Supplementary material, this should be included in your initial submission for peer review purposes. Divide the article into clearly defined sections.

Figures and tables embedded in text

Please ensure the figures and the tables included in the single file are placed next to the relevant text in the manuscript, rather than at the bottom or the top of the file. The corresponding caption should be placed directly below the figure or table.

Peer review

This journal operates a single blind review process. All contributions will be initially assessed by the editor for suitability for the journal. Papers deemed suitable are then typically sent to a minimum of two independent expert reviewers to assess the scientific quality of the paper. The Editor is responsible for the final decision regarding acceptance or rejection of articles. The Editor's decision is final. More information on types of peer review.

REVISED SUBMISSIONS

Use of word processing software

Regardless of the file format of the original submission, at revision you must provide us with an editable file of the entire article. Keep the layout of the text as simple as possible. Most formatting codes will be removed and replaced on processing the article. The electronic text should be prepared in a way very similar to that of conventional manuscripts (see also the Guide to Publishing with Elsevier). See also the section on Electronic artwork. To avoid unnecessary errors you are strongly advised to use the 'spell-check' and 'grammar-check' functions of your word processor. *LaTeX* You are recommended to use the Elsevier article class *elsarticle.cls* to prepare your manuscript and BibTeX to generate your bibliography. Our *LaTeX* site has detailed submission instructions, templates and other information.

Article structure

Subdivision - numbered sections

Divide your article into clearly defined and numbered sections. Subsections should be numbered 1.1 (then 1.1.1, 1.1.2, ...), 1.2, etc. (the abstract is not included in section numbering). Use this numbering also for internal cross-referencing: do not just refer to 'the text'. Any subsection may be given a brief heading. Each heading should appear on its own separate line.

Introduction

State the objectives of the work and provide an adequate background, avoiding a detailed literature survey or a summary of the results.

Material and methods

Provide sufficient details to allow the work to be reproduced by an independent researcher. Methods that are already published should be summarized, and indicated by a reference. If quoting directly from a previously published method, use quotation marks and also cite the source. Any modifications to existing methods should also be described.

Theory/calculation

A Theory section should extend, not repeat, the background to the article already dealt with in the Introduction and lay the foundation for further work. In contrast, a Calculation section represents a practical development from a theoretical basis.

Results

Results should be clear and concise.

Discussion

This should explore the significance of the results of the work, not repeat them. A combined Results and Discussion section is often appropriate. Avoid extensive citations and discussion of published literature.

Conclusions

The main conclusions of the study may be presented in a short Conclusions section, which may stand alone or form a subsection of a Discussion or Results and Discussion section.

Appendices

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

Essential title page information

- **Title.** Concise and informative. Titles are often used in information-retrieval systems. Avoid abbreviations and formulae where possible.
- **Author names and affiliations.** Please clearly indicate the given name(s) and family name(s) of each author and check that all names are accurately spelled. 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 lowercase superscript letter immediately after the author's name and in front of the appropriate address. Provide the full postal address of each affiliation, including the country name and, if available, the e-mail address of each author.
- **Corresponding author.** Clearly indicate who will handle correspondence at all stages of refereeing and publication, also post-publication. 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. Superscript Arabic numerals are used for such footnotes.

Abstract

A concise and factual abstract is required. The abstract should state briefly the purpose of the research, the principal results and major conclusions. An abstract is often presented separately from the article, so it must be able to stand alone. For this reason, References should be avoided, but if essential, then

cite the author(s) and year(s). Also, non-standard or uncommon abbreviations should be avoided, but if essential they must be defined at their first mention in the abstract itself.

Graphical abstract

A graphical abstract is mandatory for this journal. It should summarize the contents of the article in a concise, pictorial form designed to capture the attention of a wide readership online. Authors must provide images that clearly represent the work described in the article. Graphical abstracts should be submitted as a separate file in the online submission system. Image size: please provide an image with a minimum of 531×1328 pixels ($h \times w$) or proportionally more. The image should be readable at a size of 5×13 cm using a regular screen resolution of 96 dpi. Preferred file types: TIFF, EPS, PDF or MS Office files. You can view Example Graphical Abstracts on our information site. Authors can make use of Elsevier's Illustration Services to ensure the best presentation of their images also in accordance with all technical requirements.

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.

Abbreviations

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

Acknowledgements

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

Formatting of funding sources

List funding sources in this standard way to facilitate compliance to funder's requirements: Funding: This work was supported by the National Institutes of Health [grant numbers xxxx, yyyy]; the Bill & Melinda Gates Foundation, Seattle, WA [grant number zzzz]; and the United States Institutes of Peace [grant number aaaa]. It is not necessary to include detailed descriptions on the program or type of grants and awards. When funding is from a block grant or other resources available to a university, college, or other research institution, submit the name of the institute or organization that provided the funding. If no funding has been provided for the research, please include the following sentence: This research did not receive any specific grant from funding agencies in the public, commercial, or not-for-profit sectors.

Units

Follow internationally accepted rules and conventions: use the international system of units (SI). If other quantities are mentioned, give their equivalent in SI. Authors wishing to present a table of nomenclature should do so on the second page of their manuscript.

Math formulae

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

Footnotes

Footnotes should be used sparingly. Number them consecutively throughout the article. Many word processors build footnotes into the text, and this feature may be used. Should this not be the case, indicate the position of footnotes in the text and present the footnotes themselves separately at the end of the article.

Artwork

Electronic artwork

General points

- Make sure you use uniform lettering and sizing of your original artwork.
- Preferred fonts: Arial (or Helvetica), Times New Roman (or Times), Symbol, Courier.
- Number the illustrations according to their sequence in the text.
- Use a logical naming convention for your artwork files.
- Indicate per figure if it is a single, 1.5 or 2-column fitting image.
- For Word submissions only, you may still provide figures and their captions, and tables within a single file at the revision stage.
- Please note that individual figure files larger than 10 MB must be provided in separate source files. 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

Regardless of the application used, 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 the font or save the text as 'graphics'. TIFF (or JPG): Color or grayscale photographs (halftones): always use a minimum of 300 dpi. TIFF (or JPG): Bitmapped line drawings: use a minimum of 1000 dpi. TIFF (or JPG): Combinations bitmapped line/half-tone (color or grayscale): a minimum of 500 dpi is required.

Please do not:

- Supply files that are optimized for screen use (e.g., GIF, BMP, PICT, WPG); the resolution is too low.
- Supply files that are too low in resolution.
- Submit graphics that are disproportionately large for the content.

Color artwork

Please make sure that artwork files are in an acceptable format (TIFF (or JPEG), EPS (or PDF), or MS Office files) and with the correct resolution. If, together with your accepted article, you submit usable color figures then Elsevier will ensure, at no additional charge, that these figures will appear in color online (e.g., ScienceDirect and other sites) regardless of whether or not these illustrations are reproduced in color in the printed version. **For color reproduction in print, you will receive information regarding the costs from Elsevier after receipt of your accepted article.** Please indicate your preference for color: in print or online only. Further information on the preparation of electronic artwork.

Figure captions

Ensure that each illustration has a caption. A caption should comprise a brief title (**not** on the figure itself) and a description of the illustration. Keep text in the illustrations themselves to a minimum but explain all symbols and abbreviations used.

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

Citation in text

Please ensure that every reference cited in the text is also present in the reference list (and vice versa). Any references cited in the abstract must be given in full. Unpublished results and personal communications are not recommended in the reference list, but may be mentioned in the text. If these references are included in the reference list they should follow the standard reference style of the journal and should include a substitution of the publication date with either 'Unpublished results' or 'Personal communication'. Citation of a reference as 'in press' implies that the item has been accepted for publication.

Reference links

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

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

Web references

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

Data references

This journal encourages you to cite underlying or relevant datasets in your manuscript by citing them in your text and including a data reference in your Reference List. Data references should include the following elements: author name(s), dataset title, data repository, version (where available), year, and global persistent identifier. Add [dataset] immediately before the reference so we can properly identify it as a data reference. The [dataset] identifier will not appear in your published article.

References in a special issue

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

Reference management software

Most Elsevier journals have their reference template available in many of the most popular reference management software products. These include all products that support Citation Style Language styles, such as Mendeley and Zotero, as well as EndNote. Using the word processor plug-ins from these products, authors only need to select the appropriate journal template when preparing their article, after which citations and bibliographies will be automatically formatted in the journal's style. If no template is yet available for this journal, please follow the format of the sample references and citations as shown in this Guide. Users of Mendeley Desktop can easily install the reference style for this journal by clicking the following link:<http://open.mendeley.com/use-citation-style/journal-of-the-mechanical-behavior-of-biomedical-materials> When preparing your manuscript, you will then be able to select this style using the Mendeley plugins for Microsoft Word or LibreOffice.

Reference formatting

There are no strict requirements on reference formatting at submission. References can be in any style or format as long as the style is consistent. Where applicable, author(s) name(s), journal title/book title, chapter title/article title, year of publication, volume number/book chapter and the pagination must be present. Use of DOI is highly encouraged. The reference style used by the journal will be applied to the accepted article by Elsevier at the proof stage. Note that missing data will be highlighted at proof stage for the author to correct. If you do wish to format the references yourself they should be arranged according to the following examples:

Reference style

Text: All citations in the text should refer to:

1. *Single author:* the author's name (without initials, unless there is ambiguity) and the year of publication;
2. *Two authors:* both authors' names and the year of publication;
3. *Three or more authors:* first author's name followed by 'et al.' and the year of publication.

Citations may be made directly (or parenthetically). Groups of references should be listed first alphabetically, then chronologically. Examples: 'as demonstrated (Allan, 2000a, 2000b, 1999; Allan and Jones, 1999). Kramer et al. (2010) have recently shown' *List:* References should be arranged first alphabetically and then further sorted chronologically if necessary. More than one reference from the same author(s) in the same year must be identified by the letters 'a', 'b', 'c', etc., placed after the year of publication.

Examples:

Reference to a journal publication:

Van der Geer, J., Hanraads, J.A.J., Lupton, R.A., 2010. The art of writing a scientific article. *J. Sci. Commun.* 163, 51–59.

Reference to a book:

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

Reference to a chapter in an edited book:

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

Reference to a website:

Cancer Research UK, 1975. Cancer statistics reports for the UK. <http://www.cancerresearchuk.org/aboutcancer/statistics/cancerstatsreport/> (accessed 13 March 2003).

Reference to a dataset:

[dataset] Oguro, M., Imahiro, S., Saito, S., Nakashizuka, T., 2015. Mortality data for Japanese oak wilt disease and surrounding forest compositions. Mendeley Data, v1. <https://doi.org/10.17632/xwj98nb39r.1>.

Journal abbreviations source

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

Video

Elsevier accepts video material and animation sequences to support and enhance your scientific research. Authors who have video or animation files that they wish to submit with their article are strongly encouraged to include links to these within the body of the article. This can be done in the same way as a figure or table by referring to the video or animation content and noting in the body text where it should be placed. All submitted files should be properly labeled so that they directly relate to the video file's content. In order to ensure that your video or animation material is directly usable, please provide the files in one of our recommended file formats with a preferred maximum size of 150 MB in total. Any single file should not exceed 50 MB. Video and animation files supplied will be published online in the electronic version of your article in Elsevier Web products, including ScienceDirect. Please supply 'stills' with your files: you can choose any frame from the video or animation or make a separate image. These will be used instead of standard icons and will personalize

the link to your video data. For more detailed instructions please visit our video instruction pages. Note: since video and animation cannot be embedded in the print version of the journal, please provide text for both the electronic and the print version for the portions of the article that refer to this content.

Supplementary material

Supplementary material such as applications, images and sound clips, can be published with your article to enhance it. Submitted supplementary items are published exactly as they are received (Excel or PowerPoint files will appear as such online). Please submit your material together with the article and supply a concise, descriptive caption for each supplementary file. If you wish to make changes to supplementary material during any stage of the process, please make sure to provide an updated file. Do not annotate any corrections on a previous version. Please switch off the 'Track Changes' option in Microsoft Office files as these will appear in the published version.

RESEARCH DATA

This journal encourages and enables you to share data that supports your research publication where appropriate, and enables you to interlink the data with your published articles. Research data refers to the results of observations or experimentation that validate research findings. To facilitate reproducibility and data reuse, this journal also encourages you to share your software, code, models, algorithms, protocols, methods and other useful materials related to the project. Below are a number of ways in which you can associate data with your article or make a statement about the availability of your data when submitting your manuscript. If you are sharing data in one of these ways, you are encouraged to cite the data in your manuscript and reference list. Please refer to the "References" section for more information about data citation. For more information on depositing, sharing and using research data and other relevant research materials, visit the research data page.

Data linking

If you have made your research data available in a data repository, you can link your article directly to the dataset. Elsevier collaborates with a number of repositories to link articles on ScienceDirect with relevant repositories, giving readers access to underlying data that gives them a better understanding of the research described.

There are different ways to link your datasets to your article. When available, you can directly link your dataset to your article by providing the relevant information in the submission system. For more information, visit the database linking page.

For supported data repositories a repository banner will automatically appear next to your published article on ScienceDirect. In addition, you can link to relevant data or entities through identifiers within the text of your manuscript, using the following format: Database: xxxx (e.g., TAIR: AT1G01020; CCDC: 734053; PDB: 1XFN).

Mendeley Data

This journal supports Mendeley Data, enabling you to deposit any research data (including raw and processed data, video, code, software, algorithms, protocols, and methods) associated with your manuscript in a free-to-use, open access repository. Before submitting your article, you can deposit the relevant datasets to *Mendeley Data*. Please include the DOI of the deposited dataset(s) in your main manuscript file. The datasets will be listed and directly accessible to readers next to your published article online. For more information, visit the Mendeley Data for journals page.

Data in Brief

You have the option of converting any or all parts of your supplementary or additional raw data into one or multiple data articles, a new kind of article that houses and describes your data. Data articles ensure that your data is actively reviewed, curated, formatted, indexed, given a DOI and publicly available to all upon publication. You are encouraged to submit your article for *Data in Brief* as an additional item directly alongside the revised version of your manuscript. If your research article is accepted, your data article will automatically be transferred over to *Data in Brief* where it will be editorially reviewed and published in the open access data journal, *Data in Brief*. Please note an open access fee of 500 USD is payable for publication in *Data in Brief*. Full details can be found on the

Data in Brief website. Please use this template to write your Data in Brief. *MethodsX* You have the option of converting relevant protocols and methods into one or multiple MethodsX articles, a new kind of article that describes the details of customized research methods. Many researchers spend a significant amount of time on developing methods to fit their specific needs or setting, but often without getting credit for this part of their work. MethodsX, an open access journal, now publishes this information in order to make it searchable, peer reviewed, citable and reproducible. Authors are encouraged to submit their MethodsX article as an additional item directly alongside the revised version of their manuscript. If your research article is accepted, your methods article will automatically be transferred over to MethodsX where it will be editorially reviewed. Please note an open access fee is payable for publication in MethodsX. Full details can be found on the MethodsX website. Please use this template to prepare your MethodsX article.

Data statement

To foster transparency, we encourage you to state the availability of your data in your submission. This may be a requirement of your funding body or institution. If your data is unavailable to access or unsuitable to post, you will have the opportunity to indicate why during the submission process, for example by stating that the research data is confidential. The statement will appear with your published article on ScienceDirect. For more information, visit the Data Statement page.

ARTICLE ENRICHMENTS

AudioSlides

The journal encourages authors to create an AudioSlides presentation with their published article. AudioSlides are brief, webinar-style presentations that are shown next to the online article on ScienceDirect. This gives authors the opportunity to summarize their research in their own words and to help readers understand what the paper is about. More information and examples are available. Authors of this journal will automatically receive an invitation e-mail to create an AudioSlides presentation after acceptance of their paper.

Interactive MATLAB Figure Viewer

This journal features the Interactive MATLAB Figure Viewer, allowing you to display figures created in MATLAB in the .FIG format in an interactive viewer next to the article. More information and submission instructions.

Interactive plots

This journal enables you to show an Interactive Plot with your article by simply submitting a data file. Full instructions.