

Victor Albuquerque

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA FLEXURAL, RUGOSIDADE E
ALTERAÇÃO DIMENSIONAL DE RESINAS ACRÍLICAS
TERMOPOLIMERIZÁVEIS, EMPREGADAS NA CONFECÇÃO
DE PLACAS OCLUSAIS, VARIANDO TÉCNICA E TEMPO DE
POLIMERIZAÇÃO

Brasília
2017

Victor Albuquerque

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA FLEXURAL, RUGOSIDADE E
ALTERAÇÃO DIMENSIONAL DE RESINAS ACRÍLICAS
TERMOPOLIMERIZÁVEIS, EMPREGADAS NA CONFECÇÃO
DE PLACAS OCLUSAIS, VARIANDO TÉCNICA E TEMPO DE
POLIMERIZAÇÃO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao
Departamento de Odontologia da Faculdade de
Ciências da Saúde da Universidade de Brasília,
como requisito parcial para a conclusão do curso
de Graduação em Odontologia.

Orientadora: Profa. Dra. Aline Úrsula R. Fernandes

Brasília
2017

A Deus, a minha família, a minha namorada e a professora mais
querida.

AGRADECIMENTOS

A Deus por me dar forças, e a oportunidade de conviver com tantas pessoas especiais nessa minha vida.

A Dyjane, mãe, minha rocha e alegria mística, inexplicável meu amor por você, devo tudo e mais um pouco a ti.

Ao Rubeny, pai, exemplo e orgulho maior, maior caráter e força desconheço.

A Lia, irmã, sua alma é mais linda que o seu sorriso, presente divino, você merece tudo que deseja.

A Vitória, princesa que tenho como minha, meu amor, meu farol e lugar de paz.

A Professora Aline, anjo áptero, que por pureza natural, faz da vida de todos ao seu redor mais colorida e leve, obrigado.

A minha família, meu conforto e júbilo, acho que eu escolhi vocês antes de nascer.

Aos grandes amigos de UnB, Lucas Simino, Laís, Bianca, Larissa Araújo, Tiaguin, Luander, Raul, Cecília e muitos outros, sem vocês os dias seriam apenas dias e não lembranças, espero que o tempo seja gentil e não nos afaste.

A minha banca examinadora, Rodrigo, Walkíria, Delcides, por aceitar esse convite tão especial, e fazer parte de uma etapa tão importante na minha vida.

Ao meu primeiro orientador Edson, por me ensinar e me ajudar por tanto tempo, me mostrando a real endodontia e dando exemplo da excelência profissional que possui.

A todos os professores dessa universidade, que transmitiram tanto conhecimento com uma qualidade inigualável, um respeito maior aos que além de professores foram amigos, que nos olharam com olhos de empatia, e fizeram algo além do que seu cargo o exigia fazer, especialmente aos professores Aline, André Leite, Paulo Galvão, Jacy, Edson, Maria do Carmo, Valter, Tabata, Liliana, Rodrigo, Soraya, Érica, Adriano, Newton, Ana Paula, Wagner, André Cortez, Pucca, Bruzadelli, talvez alguns nem saberão que estão nessa lista, mas pra mim vocês ensinaram bem mais que a ciência dos dentes, me ensinaram a ser uma pessoa melhor, aqui o meu muito obrigado.

A Atlético Frenética, que me permitiu ter ótimos momentos de diversão e perceber que a universidade deve ir muito além dos portões do campus.

Aos funcionarios da universidade, que de tanto carinho às vezes transbordavam, em especial, ao Fred, Caetano, Dona Vitória e seu Ronaldo, pessoas incríveis, que dividiam em seu dia-a-dia um pouco da sua bondade.

Ao laboratório de Biopatologia Bucal da Faculdade de Ciências da Saúde/UnB, nas pessoas das Profas. Ana Carolina Poppe e Eliete Guerra, Bruna e Gabriel Borges, pela permissão, ajuda com o uso do microscópio e o carinho prestado durante o estudo.

A todas pessoas que um dia se importaram comigo e de alguma forma me ajudaram a crescer ou a me levantar nesses meus dias de UnB, Deus sabe quem são, espero um dia que esse carinho retorne a vocês.

EPÍGRAFE

“Aqueles que se sentem satisfeitos sentam-se e nada fazem. Os insatisfeitos são os únicos benfeitores do mundo.”

Walter S. Landor

RESUMO

ALBUQUERQUE. V. Avaliação da resistência flexural, rugosidade e alteração dimensional de resinas acrílicas termopolimerizáveis, empregadas na confecção de placas oclusais, variando técnica e tempo de polimerização. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia) – Departamento de Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília.

A resina acrílica é um dos materiais de eleição para a confecção de placas oclusais, apresentando diferentes protocolos de polimerização, de acordo com o fabricante. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência à flexão, rugosidade e alteração dimensional de resinas acrílicas termopolimerizáveis, variando técnica e tempo de polimerização. Foram avaliadas 3 marcas (Clássico, VIPI WAVE e Onda-Cryl), obtidas 100 amostras, distribuídas em 10 grupos ($n= 10$), com diferentes tempos de polimerização. Os valores foram analisados pela Análise de Variância e pelo teste de Tukey a 5%. Para o teste de resistência à flexão, todos os grupos apresentaram diferença estatisticamente significativa, sendo os melhores resultados para Clássico (tempo do fabricante) e Onda-Cryl (tempo aumentado). Para o teste de rugosidade, o único grupo que apresentou diferenças estatísticas significativas foi o da VIPI WAVE (maior rugosidade com aumento do tempo). Quanto à alteração dimensional, o aumento do tempo de polimerização apresentou diferenças estatísticas significantes. Conclui-se que a resina com melhores propriedades dentre as estudadas é a Clássico, pode-se recomendar o aumento do tempo de polimerização da resina Onda-Cryl, para as demais resinas é recomendado seguir o tempo de polimerização recomendado pelo fabricante.

ABSTRACT

Albuquerque. V. Evaluation of flexural strength, surface roughness and dimensional alteration of termopolymerized acrylic resins used to fabricate occlusal splints, varying polymerization and curing time. 2017. Undergraduate Course Final Monograph (Undergraduate Course in Dentistry) – Department of Dentistry, School of Health Sciences, University of Brasília.

The acrylic resin is one of the materials of choice for the preparation of occlusal plates, presenting different polymerization protocols, according to the manufacturer. The objective of this study was to evaluate the flexural strength, surface roughness and dimensional alteration of termopolymerized acrylic resins, varying the technique and curing time. Three brands were evaluated (Clássico, VIPI WAVE and Onda-Cryl), were obtained 100 samples, distributed in 10 groups ($n = 10$), with different curing times. The values were analyzed by the Analysis of Variance of three factors and the Tukey test at 5%. For the flexural strength test, all groups presented a statistically significant difference, with the best results for Clássico (manufacturer time) and Onda-Cryl (time increased). For the roughness test, the only group that presented significant statistical differences was the VIPI WAVE (higher values of superficial roughness with increased time). As for the dimensional alteration, the increase in the curing time presented significant statistical differences. We concluded that the resin with the best properties among those studied is the Clássico resin, it may be recommended to increase the polymerization time of Onda-Cryl resin, for the other resins it is recommended to follow the curing time recommended by the manufacturer.

SUMÁRIO

Artigo Científico	17
Folha de Título	19
Resumo	20
Abstract	22
Introdução.....	23
Materiais e Métodos.....	25
Resultados.....	36
Discussão	37
Conclusão.....	43
Agradecimentos	44
Referências	44
Anexos.....	48
Normas da Revista.....	48

ARTIGO CIENTÍFICO

Este trabalho de Conclusão de Curso é baseado no artigo científico:

MAIA, APM; ALBUQUERQUE, V; FERNANDES, AUR. Avaliação da resistência flexural, rugosidade e alteração dimensional de resinas acrílicas termopolimerizáveis, empregadas na confecção de placas oclusais, variando técnica e tempo de polimerização. Apresentado sob as normas de publicação do Materials

FOLHA DE TÍTULO

Avaliação da resistência flexural, rugosidade e alteração dimensional de resinas acrílicas termopolimerizáveis, empregadas na confecção de placas oclusais, variando técnica e tempo de polimerização

Evaluation of flexural strength, surface roughness and dimensional alteration of termopolymerized acrylic resins used to fabricate occlusal splints, varying polymerization and curing time

Alana Paula da Matta Maia¹

Victor Albuquerque²

Aline Úrsula Rocha Fernandes³

1 Mestre em Ciências da Saúde pela Universidade de Brasília.

2 Aluno de Graduação em Odontologia da Universidade de Brasília.

3 Professora Adjunta de Prótese Dentária da Universidade de Brasília.

Correspondência: Prof. Dr. Aline Úrsula R. Fernandes

Campus Universitário Darcy Ribeiro - UnB - Faculdade de Ciências da Saúde - Departamento de Odontologia - 70910-900 - Asa Norte - Brasília - DF

E-mail: alineursula@gmail.com / Telefone: (61) 31071802

RESUMO

Avaliação da resistência flexural, rugosidade e alteração dimensional de resinas acrílicas termopolimerizáveis, empregadas na confecção de placas oclusais, variando técnica e tempo de polimerização

Resumo

A resina acrílica é um dos materiais de eleição para a confecção de placas oclusais, apresentando diferentes protocolos de polimerização, de acordo com o fabricante. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência à flexão, rugosidade e alteração dimensional de resinas acrílicas termopolimerizáveis, variando técnica e tempo de polimerização. Foram avaliadas 3 marcas (Clássico, VIPI WAVE e Onda-Cryl), obtidas 100 amostras, distribuídas em 10 grupos ($n= 10$), com diferentes tempos de polimerização. Os valores foram analisados pela Análise de Variância e pelo teste de Tukey a 5%. Para o teste de resistência à flexão todos os grupos apresentaram diferença estatisticamente significativa, sendo os melhores resultados para Clássico (tempo do fabricante) e Onda-Cryl (tempo aumentado). Para o teste de rugosidade, o único grupo que apresentou diferenças estatísticas significativas foi o da VIPI WAVE (maior rugosidade com aumento do tempo). Quanto à alteração dimensional, o aumento do tempo de polimerização apresentou diferenças estatísticas significantes. Conclui-se que a resina com melhores propriedades dentre as estudadas é a Clássico, pode se recomendar o aumento do tempo de polimerização da resina Onda-Cryl, para as demais resinas é recomendado seguir o tempo de polimerização recomendado pelo fabricante.

Palavras-chave: Placas Oclusais, Síndrome da Disfunção da Articulação Temporomandibular, Resinas acrílicas, Propriedades físicas, Polimetil Metacrilato, Bruxismo, Bruxismo do Sono

ABSTRACT

Evaluation of flexural strength, surface roughness and dimensional alteration of termopolymerized acrylic resins used to fabricate occlusal splints, varying polymerization and curing time.

Abstract

The acrylic resin is one of the materials of choice for the preparation of occlusal plates, presenting different polymerization protocols, according to the manufacturer. The objective of this study was to evaluate the flexural strength, surface roughness and dimensional alteration of termopolymerized acrylic resins, varying the technique and curing time. Three brands were evaluated (Clássico, VIPI WAVE and Onda-Cryl), were obtained 100 samples, distributed in 10 groups ($n = 10$), with different curing times. The values were analyzed by the Analysis of Variance of three factors and the Tukey test at 5%. For the flexural strength test, all groups presented a statistically significant difference, with the best results for Clássico (manufacturer time) and Onda-Cryl (time increased). For the roughness test, the only group that presented significant statistical differences was the VIPI WAVE (higher values of superficial roughness with increased time). As for the dimensional alteration, the increase in the curing time presented significant statistical differences. We concluded that the resin with the best properties among those studied is the Clássico resin, it may be recommended to increase the polymerization time of Onda-Cryl resin, for the other resins it is recommended to follow the curing time recommended by the manufacturer.

Keywords Keywords: Occlusal Splints; Temporomandibular Joint Dysfunction Syndrome, acrylic resins; physical properties, Polymethyl Methacrylate, Bruxism, Sleep Bruxism

INTRODUÇÃO

A desordem temporomandibular (DTM) é uma doença complexa, cuja natureza não está completamente esclarecida. É uma alteração musculoesquelética que afeta a articulação temporomandibular e/ou músculos da mastigação [1]. A forma de tratamento e controle da sintomatologia da DTM mais utilizada é a placa oclusal [2], indicada por estudos como responsável por uma melhora significativa na redução da dor [3,4].

O material mais comumente utilizado para a confecção de placas é a resina acrílica (PMMA) [5,6]. O polimetilmetacrilato é um composto orgânico classificado como polímero, produzido sinteticamente e cuja química baseia-se no carbono, hidrogênio e em outros elementos não metálicos. É o material ideal para confecção de aparelhos protéticos, porque satisfaz a maioria das exigências, tais como resistência adequada, propriedades térmicas satisfatórias, estabilidade dimensional, insolubilidade a fluidos bucais, estética aceitável, facilidade de técnica e custo moderado [7].

As propriedades físicas das resinas acrílicas termopolimerizáveis podem ser influenciadas pelo método e ciclo empregados na sua polimerização, em que o tempo de polimerização pode atuar como fator favorável ou desfavorável [8]. A resina deve possuir adequada resistência e resiliência, assim como resistência à compressão ou às forças mastigatórias, forças de impacto e desgaste excessivo, que podem ocorrer na cavidade oral [9].

Um dos fatores relacionados à fratura é a resistência flexural deste material, que é uma medida de tensão e resistência, que permite avaliar a performance clínica dos aparelhos protéticos quando são submetidos repetidamente a

forças de flexão nos ciclos de mastigação e podem se deformar [10].

Outro fator importante para as resinas é a rugosidade superficial, pois influencia a acumulação de microrganismos e, conseqüentemente, a saúde bucal [7]. É caracterizada por microirregularidades na superfície do material, decorrentes de processos de fabricação e manipulação [11].

Também deve-se prestar atenção sobre a alteração dimensional da resina, pois esta acarreta perda de adaptação da prótese ou placa mio-relaxante com os tecidos circundantes e diminuição de retenção [12]. Alguns fatores influenciam a ocorrência de alteração dimensional nas resinas para confecção de próteses distintas, tais como: sistema monômero x polímero, proporção pó/líquido, expansão e contração térmica tanto da resina acrílica quanto do gesso, perda e absorção de água, pressão no ato da prensagem, pressão interna, tamanho e espessura da peça e método de polimerização [13].

Acerca dessas propriedades, observamos a escassez de pesquisas na literatura sobre a influência do aumento de tempo de polimerização, especialmente quanto à confecção de placas oclusais, o que justifica a necessidade de estudos.

O propósito deste estudo foi avaliar a resistência à flexão, rugosidade e alteração dimensional de três tipos de resinas acrílicas termopolimerizáveis, sendo uma polimerizada pelo método convencional (Clássico - A. O. Clássico) e duas por energia de micro-ondas (Onda-Cryl – A. O. Clássico; e VIPI WAVE - Vipi Produtos Odontológicos), em função de técnica e tempo de polimerização.

A hipótese testada foi de que o tempo e a técnica de polimerização não influenciariam a resistência flexural, rugosidade e alteração dimensional das resinas acrílicas termopolimerizáveis.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para a confecção dos corpos de prova, foram utilizadas três resinas acrílicas incolores termopolimerizáveis, conforme descrito na Quadro 1.

Foram obtidos, no total, 60 corpos de prova para realização do teste de resistência flexural e rugosidade e para o teste de alteração dimensional, 40 corpos de prova. O estudo foi realizado em duas etapas, em função de cronograma laboratorial. A resina acrílica Onda-Cryl (A.O.Clássico Ltda, Brasil) não estava disponível no mercado local no período do estudo para alteração dimensional.

Quadro 1 - Nome comercial, composição, lote, tipo de polimerização e fabricante das resinas utilizadas no estudo

Nome	Composição (lote)	Tipo de Polimerização	Fabricante
VIPI WAVE	<p>Polímero: Polimetilmetacrilato, Peróxido de Benzoíla, Pigmentos Biocompatíveis (98254. 73889, grupos VII e VIII) Monômero: Metilmetacrilato, EDMA (Crosslink), Inibidor (12186. 70357, grupos VII e VIII)</p>	<p>Energia de micro-ondas 20 min/ 150W; 5 min/ 600W</p>	<p>Vipi Produtos Odontol. Ltda., SP, Brasil</p>
Onda-Cryl	<p>Polímero: Co-polímero Metil Etil Metacril, Peróxido, DBP.(408080) Monômero: Metil Metacril, Crosslink (100913)</p>	<p>Energia de micro-ondas 3 min/450W; 4 min/ 150W; 3 min/ 900W</p>	<p>A. O. Clássico Ltda., SP, Brasil</p>

Clássico	Polímero: Copolímero Metil Etil Metacrilato, DBP, Pigmentos, Peróxido (810121. 512161, grupos IX e X)	Banho de água quente ½ h	A. O. Clássico
	Monômero: Polímero de Metilmetacrilato, Topanol (261112. 140416, grupos IX e X)	aquecida; ½ h sem aquecimento, 1h em ebulição	Ltda., SP, Brasil

Os corpos de prova foram divididos em 10 grupos, baseados no tipo de resina e técnica de processamento utilizados. Cada grupo foi composto por 10 corpos de prova. Os grupos experimentais estão listados no Quadro 2.

Quadro 2 - Grupos e tempo de polimerização avaliados

Resina	Grupos	Tempo de Polimerização
VIPI Wave	I	Estágio inicial: 20 minutos (10% de potência) Estágio Final: 5 minutos (40% de potência)
	II	Estágio inicial: 30 minutos (10% de potência) Estágio Final: 5 minutos (40% de potência)
	VII	Estágio inicial: 20 minutos (10% de potência) Estágio Final: 5 minutos (50% de potência)
	VIII	Estágio inicial: 30 minutos (10% de potência) Estágio Final: 7:30 minutos (50% de potência)

Onda- Cryl	III	1ª fase: 3 minutos (30% de potência) 2ª fase: 4 minutos (10% de potência) 3ª fase: 3 minutos (60% de potência)
	IV	1ª fase: 4:30 minutos (30% de potência) 2ª fase: 6 minutos (10% de potência) 3ª fase: 4:30 minutos (60% de potência)
Clássico	V	Banho de água quente 30m aquecida; 30m sem aquecimento e 1h em ebulição
	VI	Banho de água quente 45m aquecida; 45m sem aquecimento e 1h em ebulição
	IX	Banho de água quente 30m aquecida; 30m sem aquecimento e 1h em ebulição
	X	Banho de água quente 45m aquecida; 45m sem aquecimento e 1h em ebulição

Nota: Grupos I, II, III, IV, V e VI utilizados para o teste de resistência flexural e rugosidade; grupos VII, VIII, IX e X utilizados apenas para o teste de alteração dimensional

Resistência à flexão e rugosidade

Os corpos de prova foram confeccionados com as medidas recomendadas pela ISO/FDIS 1567 [14], que determina que, para a realização de testes de resistência à flexão por três pontos em resinas acrílicas, os corpos de prova devem ter as seguintes dimensões: 64 mm de comprimento, 10 mm de largura e 3,3 mm de espessura. Foram construídas matrizes em resina

acrílica autopolimerizável de: 67 mm X 12 mm X 4,50 mm. As medidas foram propositalmente maiores que as exigidas, a fim de permitir um adequado acabamento e polimento sem comprometer os valores finais de dimensionamento dos corpos de prova.

Essas matrizes em resina autopolimerizável foram incluídas no silicone Zetalabor (Zhermack, Itália) para facilitar a demuflagem e os processos de acabamento e polimento. Muflas metálicas e plásticas foram empregadas de acordo com a técnica de polimerização. Para a inclusão das matrizes, na base da mufla foi inserido gesso pedra tipo III (Yamay Comércio e Indústria de Produtos Odontológicos, Brasil), manualmente proporcionado conforme indicação do fabricante (100g de gesso para 40ml de água). O tempo aguardado para presa do gesso foi de 40 minutos. Após sua presa, foi manipulado o silicone e nele foram inseridos os corpos de prova. A mufla foi fechada e a parte superior foi completada também com gesso pedra. Após a presa final dos materiais (silicone e gesso pedra), as muflas foram abertas e os corpos removidos, obtendo-se três moldes para cada mufla (Figura 1).



Figura 1 - Moldes em silicone Zetalabor (Zhermack, Itália) e gesso pedra, no interior de mufla plástica, para técnica de polimerização em micro-ondas

Para a polimerização da resina acrílica dos grupos V e VI, foram utilizadas muflas metálicas (Jon Comércio de Produtos Odontológicos Ltda., São Paulo, SP, Brasil) em banho de água quente. Para os grupos I, II, III e IV, foram utilizadas muflas plásticas (OGP Produtos Odontológicos Ltda, São Paulo, SP, Brasil) para a polimerização por meio de energia de micro-ondas.

Após abertura da mufla, foi realizado o isolamento com Cel-lac (S.S. White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) em ambas as partes da mufla e, em seguida, foi realizada a manipulação e prensagem das resinas acrílicas, de acordo com as recomendações dos fabricantes. Para o procedimento de prensagem, estabeleceu-se como critério para todos os grupos a manipulação da resina acrílica em pote de vidro com tampa e, após atingir a fase plástica, a mesma foi acomodada no interior dos moldes, com ligeiro excesso para escoamento uniforme durante o processo de prensagem. Na sequência, a mufla foi fechada e posicionada numa prensa hidráulica para que a prensagem ocorresse de forma lenta e gradual, até se estabelecer uma pressão de 500 a 750KgF. Após abertura da mufla e retirada do excesso do material, a mufla foi fechada e realizada a prensagem definitiva a 1000 KgF.

Procedeu-se, em seguida, ao parafusamento das muflas plásticas e, para as muflas metálicas, à prensagem manual, a fim de manter a pressão e o íntimo contato entre as paredes durante o período de polimerização das resinas acrílicas. Após aguardar 30 minutos, as muflas foram colocadas no forno micro-ondas ou levadas à polimerização em banho de água quente, de acordo com a técnica para cada resina, seguindo-se à polimerização (Quadro 2).

Para os grupos II, IV, e VI, cujos tempos de polimerização foram alterados, tal alteração se deu aumentando o tempo de polimerização recomendado pelo fabricante em 50%. O forno micro-ondas utilizado nesta etapa do estudo possui potência de 1500W.

Após o resfriamento natural das muflas, os corpos de prova foram desincluídos e submetidos ao acabamento em uma politriz (Polipan – U Pantec, EUA) utilizando lixas metalográficas (Pantec, EUA) com granulações de 280, 600 e 1200, por 3 minutos cada. Assim, os corpos de prova foram obtidos nas medidas preconizadas. Todos os corpos de prova tiveram suas dimensões aferidas por meio de paquímetro (Mitutoyo CD-6 150mm, Japão). O polimento final foi realizado com discos de feltro (Arotec S.A. Indústria e Comércio, SP, Brasil) e pasta de diamante de granulação 6 μ m (Pantec, EUA), durante 3 minutos.

No ensaio de resistência flexural por três pontos, cada espécime foi submetido ao ensaio de flexão na máquina de ensaio universal EMIC modelo DL 3000 (EMIC – Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda., São José dos Pinhais, PR, Brasil), com uma velocidade constante de 5mm/min, até ocorrer sua fratura (Figura 2).

No ensaio de rugosidade [8] os corpos de prova foram analisados por meio de um rugosímetro (Mitutoyo, modelo SJ – 201, Japão), (Figura 3). A medição foi feita em três pontos dos corpos de prova e o comprimento de amostragem (cut-off) foi de 1,25mm.

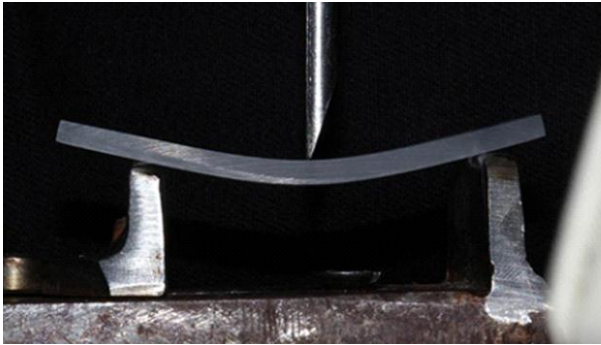


Figura 2 – Corpo de prova em máquina de ensaio universal EMIC modelo DL 3000, para início de teste de flexão

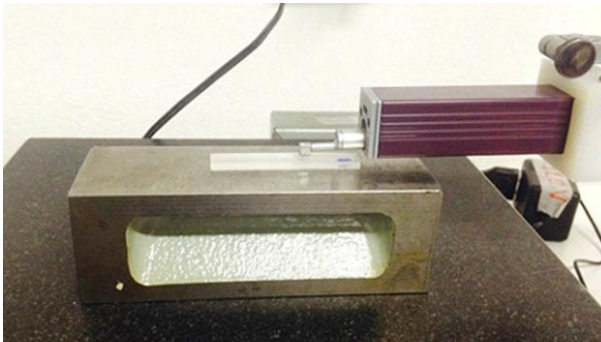


Figura 3 - Corpo de prova submetido à análise superficial de rugosidade, por meio de Rugosímetro Mitutoyo (modelo SJ)

Os valores de resistência à flexão foram obtidos em Mpa e os valores da rugosidade superficial foram obtidos em μm .

Alteração dimensional

Para a obtenção das amostras para o teste de alteração dimensional, foi empregada uma matriz metálica padronizada

(Figura 4a), com marcações preestabelecidas (Figura 4b). Os compartimentos dessa matriz foram preenchidos com silicone de adição 3D Putty (Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A, Londrina, PR, Brasil). Após sua presa final, os moldes foram desincludos da matriz (Figura 4c). Para facilitar a demoflagem das amostras em resina acrílica, foi realizada uma proteção lateral dos moldes (Figura 4d) com Silicone de Condensação Zetaplus (Zhermack SpA, Badia Polesine, RO, Itália).

Para a inclusão dos moldes, seguiu-se metodologia anteriormente descrita (Figura 5). Após aguardar o tempo de presa, foi realizado o acoplamento da contra-mufra e para essa próxima etapa foi inserido gesso pedra tipo IV Durone (DENTSPLY Detrey GmbH, Konstanz - Alemanha), manualmente proporcionado, conforme indicação do fabricante (100g de gesso para 19ml de água), para garantir uma cópia adequada dos moldes.

Após retirada dos moldes em silicone de adição do interior das muflas, foram realizados o isolamento com vaselina sólida em ambas partes, manipulação e prensagem das resinas acrílicas, de acordo com os grupos citados (Quadro 2).

A acomodação da resina acrílica nos moldes seguiu o método descrito anteriormente, sendo a prensagem realizada de forma lenta e gradual, até se estabelecer uma pressão definitiva a 1000 KgF. Após aguardar 30 minutos, procedeu-se ao aparafusamento das muflas plásticas e prensagem manual para as muflas metálicas, a fim de manter a pressão e o íntimo contato entre as paredes durante o período de polimerização das resinas acrílicas.

As muflas foram colocadas no forno de micro-ondas ou levadas à polimerização em banho de água quente, seguindo o

protocolo de polimerização dos grupos aos quais pertenciam - Grupos VII, VIII, IX e X (Quadro 2). O forno micro-ondas utilizado nesta parte do estudo possui potência de 800W (Panasonic Perfect, Brasil).

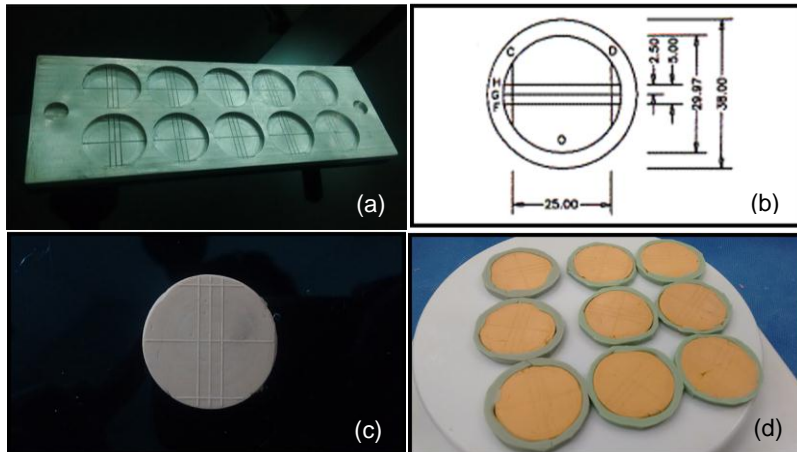


Figura 4 – Imagens referentes ao processo de confecção dos moldes para o processo de inclusão: (a) Matriz metálica com medidas padrões; (b) Distância em milímetros de cada marca; (c) Molde da matriz em silicone de adição; (d) Moldes envolvidos em silicone de condensação



Figura 5 – Base da mufla plástica para micro-ondas com os moldes da matriz metálica em silicone de adição

Após o resfriamento natural das mufas, os corpos de prova foram desincluídos e, para realizar a retirada de excessos, foram utilizadas brocas de tungstênio maxicut e minicut (Figura 6 a).

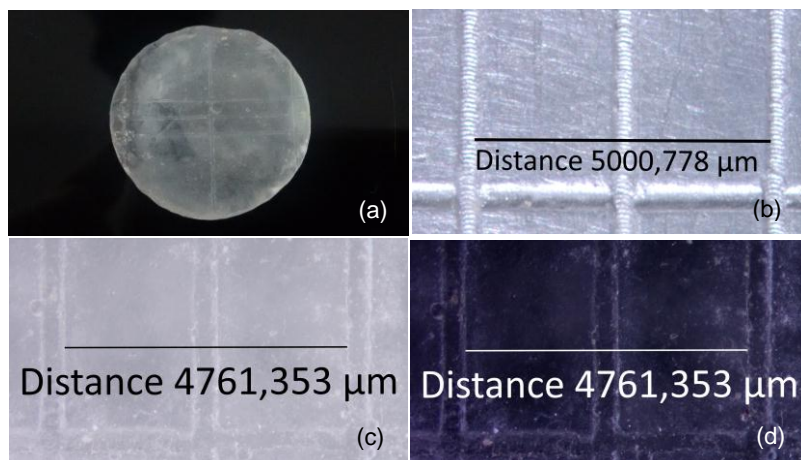


Figura 6 – Imagens referentes ao processo de análise dos espécimes em resina (a) Espécime em resina acrílica termopolimerizável incolor finalizado; (b) mensuração da matriz metálica; (c) imagem do espécime no microscópio; (d) alteração da cor para melhor visualização dos limites.

Os corpos de prova foram analisados por meio de um microscópio SteREO Discovery.V8 (Carl Zeiss Microscopy GmbH, Jena, Germany) e software correspondente (ZEN 2012). A medição foi feita a partir das marcas nos espécimes, em pontos distintos. Para o cálculo das distâncias, foram utilizadas apenas as marcas com 5mm de distância (Figura 6b), sendo registrado o valor de cada um dos espécimes (Figuras 6c, 6d) e verificada a diferença entre a matriz padrão e o resultado registrado no microscópio.

Após ensaio de flexão, rugosidade e alteração dimensional, os dados foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA), complementada pelo teste de Tukey ($\alpha = 0,05$).

RESULTADOS

Os resultados obtidos no teste de resistência à flexão, rugosidade e alteração dimensional foram representados, respectivamente, nas Tabelas 1 a 3.

Tabela 1 – Valores médios e desvio-padrão dos grupos avaliados quanto à resistência à flexão, em função da técnica e do tempo de polimerização

Marcas	Tempo Convencional	Tempo Alterado
VIPI Wave	128,29 ± 18,72 Aa	122,74 ± 14,31 Ab
Onda-Cryl	128,21 ± 16,62 Ba	135,48 ± 14,55 Bb
Clássico	152,69 ± 13,43 Ca	126,29 ± 10,44 Cb

Nota: Letras maiúsculas nas colunas e minúsculas nas linhas, diferentes entre si, significam diferença estatística em nível de 5%, pelo teste de Tukey

Tabela 2 – Valores médios e desvio padrão dos grupos avaliados quanto à rugosidade, em função da técnica e do tempo de polimerização

Marcas	Tempo Convencional	Tempo Alterado
VIPI Wave	0,085 ± 0,04 Aa	0,103 ± 0,04 Aa
Onda-Cryl	0,072 ± 0,03 Aa	0,060 ± 0,02 Ba
Clássico	0,060 ± 0,03 Aa	0,055 ± 0,02 Ba

Nota: Letras maiúsculas nas colunas e minúsculas nas linhas, diferentes entre si, significam diferença estatística em nível de 5%, pelo teste de Tukey

Tabela 3 – Valores médios e desvio-padrão da alteração dimensional das amostras em resina acrílica termopolimerizável incolor, em micrômetros, em função da marca e do tempo de polimerização

Marcas	Tempo Convencional	Tempo Alterado
VIPI Wave	211.72 ± 37.92 Aa	283.19 ± 38.64 Ab
Clássico	203.34 ± 54.92 Aa	280.21 ± 66.05 Ab

Nota: Letras maiúsculas nas colunas e minúsculas nas linhas, diferentes entre si, significam diferença estatística em nível de 5%, pelo teste de Tukey

Observamos que o tempo de polimerização influenciou, com significância estatística ($p < 0,05$), todos os grupos para o teste de resistência flexural e alteração dimensional, enquanto o fator resina/técnica de polimerização interferiu em todas as propriedades avaliadas, em grupos específicos. A hipótese nula foi rejeitada.

DISCUSSÃO

Placas oclusais são utilizadas no diagnóstico e tratamento das desordens temporomandibulares e, comumente, a resina acrílica termopolimerizável é empregada na sua confecção. Dentre as técnicas de polimerização, a energia de micro-ondas e o banho de água quente são as mais utilizadas e pesquisadas.

Esse estudo avaliou três resinas acrílicas termopolimerizáveis, variando a técnica e o tempo de polimerização. Os maiores valores de resistência flexural foram encontrados para os corpos de prova polimerizados pela técnica convencional (Tabela 1). As resinas acrílicas polimerizadas por energia de micro-ondas apresentaram valores médios muito próximos entre si (Tabela 1), com diferença estatisticamente

significativa em função da frequência dos valores, desvio-padrão e variância. Alguns estudos apontaram que as resinas polimerizadas por energia de micro-ondas apresentaram propriedades físicas inferiores às polimerizadas pela técnica convencional [15-17]. Corroborando com nossos achados, nos estudos de Yamamoto et al [18], a resina Clássico (A.O. Clássico Ltda, Brasil) também obteve o melhor desempenho em resistência.

Apesar de demonstrarem resistência flexural menor que as resinas polimerizadas pela técnica convencional, as resinas termopolimerizáveis por energia de micro-ondas possuem algumas vantagens, uma das mais importantes é o tempo de polimerização ser menor, pois a mistura do polímero com o monômero é aquecida diretamente antes da mufla plástica, de modo que qualquer calor gerado é dissipado para a mufla, enquanto no banho de água quente temos primeiramente o aquecimento da água, depois a mufla e, por fim, a mistura é aquecida [19]. Também é destacável como vantagem da utilização da energia de micro-ondas a desnecessidade de equipamentos pesados e espaçosos e um método de processamento mais limpo [20].

Em nosso estudo, o aumento do tempo de polimerização proporcionou resultados estatisticamente diferentes na resistência flexural entre os grupos com polimerização padronizada pelos fabricantes (Tabela 1). Contudo, a única que apresentou aumento na resistência à flexão com o aumento de tempo de polimerização foi a Onda-Cryl (A.O.Clássico Ltda, Brasil), superando os demais grupos polimerizados por energia de micro-ondas e estando aquém apenas do grupo V, de polimerização convencional. Acreditamos que o tempo não é fator isolado para a melhora das propriedades físicas das resinas

acrílicas, necessitando associação de mais variáveis para alcançar resultados melhores do que o esperado.

Devido à função das placas oclusais, sua propriedade mais desejável é a resistência; assim, quando houver necessidade de confecção rápida, sugerimos um aumento do tempo de polimerização da resina Onda-Cryl, que apresentou melhora significativa em nossos testes, ao aumentarmos o tempo sugerido pelo fabricante em 50% (Tabela 1).

Os resultados obtidos não indicaram diferença estatística significativa entre as rugosidades apresentadas pelas resinas avaliadas (Tabela 2). Concordes com nossos resultados, autores [21,22] não observaram diferença estatística significativa entre os métodos de polimerização convencional e por energia de micro-ondas para a propriedade de rugosidade superficial.

Considerando que a rugosidade de superfície ideal para resinas acrílicas deve ser de 0,2 μm ou menos [23], os resultados apresentados na Tabela 2 mostraram que todas as resinas avaliadas apresentaram valores médios de rugosidade mais altos que o ideal. Diante desses dados, inferimos que todas as resinas avaliadas, independente da polimerização e do tempo, podem ser empregadas para confecção de aparelhos protéticos quando a rugosidade é fator determinante, desde que o processo de polimento seja mais criterioso ou prolongado.

Canadas et al [8] avaliaram a rugosidade de resinas acrílicas polimerizadas pela técnica convencional, comparando ciclos curtos e longos. O ciclo curto durou 1 hora e 30 minutos e a temperatura foi de 74°C, enquanto o ciclo longo durou 8 horas e a temperatura foi de 75°C. Em seus resultados, os autores obtiveram valores de rugosidade menores para o grupo polimerizado no ciclo curto. Os resultados estão em desacordo

com os nossos (Tabela 2); porém, observamos que o aumento do tempo realizado na metodologia desse autor é bastante superior à nossa proposta.

Em relação à resina VIPI Wave (Vipi Prod. Odontol. Ltda, Brasil), que apresentou aumento estatisticamente significativo dos valores de rugosidade superficial quando comparada às outras resinas, também com aumento de tempo (Tabela 2), nos parece que a variação estatística se deu devido a características próprias da resina e de seu protocolo de polimerização. Observamos também que a potência máxima recomendada pelo fabricante para polimerizar a resina não passa dos 40%. Além disso, a potência do micro-ondas utilizado em nosso estudo (1500W) é maior que todas as relatadas na literatura consultada e também maior que a apresentada nas indicações de polimerização do fabricante. Quanto maior a potência, maior a temperatura atingida no mesmo intervalo de tempo [17]. E, por último, ciclos de polimerização mais longos, com temperaturas elevadas, resultam em uma polimerização mais completa [24]. Além do ciclo de polimerização, a estrutura e as ligações químicas, o diâmetro das partículas poderiam ser fatores importantes para explicar o comportamento do grupo II, necessitando de mais estudos para tal afirmação. Face aos resultados obtidos (Tabela 2), e tendo em vista que apenas o aumento do tempo não foi suficiente para melhorar a rugosidade superficial dessa resina, sugerimos que estudos avaliem o aumento da potência e sua influência nas suas propriedades, bem como sua estrutura química e física.

A alteração dimensional das resinas acrílicas é um fator importante para o tratamento das disfunções temporomandibulares, pois a alteração dimensional acarreta em perda de adaptação da prótese ou da placa oclusal com os tecidos circundantes, diminuindo a retenção e dificultando a

utilização do dispositivo protético [12]. Nos grupos que houve aumento no tempo de polimerização, foi notada diferença estatística significativa se compararmos aos resultados com o tempo recomendado pelo fabricante (Tabela 3), resultando em contração das amostras.

Nessa parte do estudo, não foi estudada a resina Onda-Cryl, pela indisponibilidade da mesma no mercado local, no período do estudo. Devido ao fato de esta resina ter sido a única que, com o aumento do tempo de polimerização, apresentou melhoras na resistência flexural, sem sofrer alteração significativa na rugosidade, consideramos importante avaliar sua alteração dimensional em próximo estudo. Com base nos resultados das resinas estudadas (Tabela 3), não foi observada influência estatisticamente significativa da marca e técnica de polimerização, porém, a resina VIPI Wave obteve valores médios maiores e desvio-padrão menores. A resina VIPI Wave apresentou comportamento mais uniforme do que a resina Clássico e maior alteração. O aumento da temperatura, para ambas resinas, gerou aumento da alteração dimensional, com diferença estatística significativa. Observa-se que a variação de tempo acarreta em maior exposição da resina acrílica ao calor, implicando em possível interferência nas ligações químicas e quantidade de monômero residual, como previamente discutido.

Um dos fatores que podem influenciar negativamente as resinas acrílicas é a quantidade de monômero residual presente na mistura, promovendo a ocorrência de porosidades e maior rugosidade superficial [13], além de reduzir a resistência flexural e aumentar a alteração dimensional. Quanto maior o tempo de polimerização, menor a concentração de monômero residual, assim, o aumento do tempo e temperatura implicaria em menores valores de monômero residual, o que, por sua vez, melhoraria as propriedades físicas da resina [25]. A rugosidade das resinas acrílicas resulta da evaporação do monômero não

reagido e de quanto a temperatura das resinas termopolimerizáveis atinge ou ultrapassa o ponto de ebulição destes elementos [26]. Em relação à técnica de polimerização, o grau de conversão é a característica mais importante por estar diretamente ligada aos níveis de monômero residual [27]. É plausível concluir que se utilizarmos a energia de micro-ondas, ajustando o tempo e a potência, podemos obter níveis mínimos de monômero residual [28].

Dessa forma, apesar de vários estudos relatarem que o aumento de tempo de polimerização diminui os níveis de monômero residual e, conseqüentemente, melhora as propriedades mecânicas, em nossos estudos, ao aumentarmos apenas o tempo, a resistência flexural diminuiu e a alteração dimensional aumentou, sugerindo que outros fatores devam ser considerados na avaliação desse resultado.

Podemos sugerir que o aumento do tempo, com base na literatura citada e dentro de limites, possibilita incremento de propriedades físicas das resinas acrílicas termopolimerizáveis, possivelmente pela conversão do monômero. Portanto, na tentativa de ganhar tempo laboratorial, com suposto benefício clínico, a redução desse tempo de polimerização poderia ter resultados inversos e indesejados para o sucesso do tratamento.

Seguir o protocolo do fabricante parece ser essencial para uma boa adaptação da peça protética, porém, pode-se obter melhora na resistência flexural com o aumento do tempo de polimerização, portanto, sugerimos estudos meticolosos analisando e balanceando cada característica da resina, para oferecer ao paciente o tratamento mais ideal. Talvez não seja possível aprimorar todas as propriedades do material com a modificação do recomendado pelo fabricante, contudo, melhorar aquelas que são mais desejáveis a sua aplicação odontológica é acessível.

CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- As variáveis tempo e técnica de polimerização influenciaram a resistência à flexão de resinas termopolimerizáveis utilizadas para confecção de placas oclusais, com diferença estatisticamente significativa entre todos os grupos avaliados, melhorando as propriedades da resina Onda-Cryl avaliada;
- As variáveis tempo e técnica de polimerização não promoveram diferenças estatisticamente significativas sobre a rugosidade superficial, com exceção do grupo da resina VIPI WAVE com tempo aumentado (grupo II), em relação aos demais grupos que receberam o mesmo tratamento;
- O aumento do tempo de polimerização causou alteração dimensional nas resinas pesquisadas, podendo gerar desajuste da prótese ou placa oclusal e dificultar o uso do dispositivo protético pelo paciente, prejudicando o tratamento do mesmo.

AGRADECIMENTOS

Ao laboratório de Biopatologia Bucal da Faculdade de Ciências da Saúde/UnB, à Unidade de Saúde Bucal do Hospital Universitário de Brasília e à Faculdade de Odontologia de Araçatuba/ Unesp, pelo apoio técnico e colaboração no desenvolvimento do trabalho.

REFERÊNCIAS

1. Rodrigues, J.H.; Marques, M.M.; Biasotto-Gonzalez, D.A.; Moreira, M.S.; Bussadori, S.K.; Mesquita-Ferrari, R.A.; Martins, M.D. Evaluation of pain, jaw movements, and psychosocial factors in elderly individuals with temporomandibular disorder under laser phototherapy. *Lasers Med Sci* 2015 Apr, 30(3), 953-9. doi: 10.1007/s10103-013-1514-z.
2. Glass, E.G.; Glaros, A.G.; McGlynn F.D. Myofascial pain dysfunction: treatments used by ADA members. *Cranio* 1993, 11(1), 25–9.
3. Kuzmanovic Pficer, J.; Dodic, S.; Lazic, V.; Trajkovic, G.; Milic, N.; Milicic, B. Occlusal stabilization splint for patients with temporomandibular disorders: Meta-analysis of short and long term effects. *PLoS One* 2017, 12(2), e0171296. doi:10.1371/journal.pone.0171296.
4. Swedish Council on Health Technology Assessment. Methods of Treating Chronic Pain: A Systematic Review. Stockholm: Swedish Council on Health Technology Assessment (SBU); 2006 Oct. SBU Yellow Report No. 177/1+2.
5. Askinas, S.W. Fabrication of an occlusal splint. *J Prosthet Dent* 1972 Nov, 28(5), 549-51.

6. Lindfors, E.; Magnusson, T.; Tegelberg, A. Interocclusal appliances—indications and clinical routines in general dental practice in Sweden. *Swed Dent J.* 2006, 30(3), 123-34.
7. Machado, C.; Sanchez, E.; Azer, S.S.; Uribe, J.M. Comparative study of the transverse strength of three denture base materials. *J Dent.* 2007 Dec, 35(12), 930-3. doi: 10.1016/j.jdent.2007.09.006
8. Canadas, M.D.; Garcia, L.F.; Consani, S.; Pires-de-Souza, F.C. Color stability, surface roughness, and surface porosity of acrylic resins for eye sclera polymerized by different heat sources. *J Prosthodont.* 2010 Jan, 19(1), 52-7. doi: 10.1111/j.1532-849X.2009.00522.x
9. Anusavice, K.J. *Phillips science of dental materials.* 10 ed. WB Saunders Company, Philadelphia, USA, 1996; 237-71.
10. Rodriguez, L.S.; Paleari, A.G.; Giro, G.; de Oliveira Junior, N.M.; Pero, A.C.; Compagnoni, M.A. Chemical characterization and flexural strength of a denture base acrylic resin with monomer 2-tert-butylaminoethyl methacrylate. *J Prosthodont* 2013 Jun, 22(4), 292-7. doi: 10.1111/j.1532-849X.2012.00942.x
11. Rahal, J.S.; Mesquita, M.F.; Henriques, G.E.; Nobilo, M.A. Surface roughness of acrylic resins submitted to mechanical and chemical polishing. *J Oral Rehabil.* 2004 Nov, 31(11), 1075-9. doi: 10.1111/j.1365-2842.2004.01344.x
12. Goiato, M.C.; Rahal, J.S.; Gennari, H.F.; Fajardo, R.S.; Gonçalves, W.A. Avaliação da alteração dimensional e porosidades em resinas acrílicas entre métodos de polimerização convencional e por microondas. *Rev Fac Odontol* 2000 dez., 42 (2), 37-40.
13. Wolfaardt, J.F.; Cleaton-Jones, P.; Fatti, P. The occurrence of porosity in a heat-cured poly (methyl methacrylate) denture base resin. *J Prosthet Dent* 1986 Mar, 55(3). 393-400. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/0022-3913\(86\)90128-9](http://dx.doi.org/10.1016/0022-3913(86)90128-9)

14. International Organization for Standardization. ISO 1567: 1998. Dentistry: denture base polymers. Geneva, Switzerland: 1998.
15. Aydogan Ayaz, E.; Durkan, R. Influence of acrylamide monomer addition to the acrylic denture-base resins on mechanical and physical properties. *Int J Oral Sci.* 2013 Dec, 5(4), 229-35, doi: 10.1038/ijos.2013.69 .
16. Soares, R.G.; Pagnano, V.O.; Catirse, A.B.; Cruvinel, D.R.; Cecchin, D.; Botelho, A.L. Resistência flexural e rugosidade superficial de resinas acrílicas utilizadas para confecção de placas oclusais. *RFO*, 2008 set-dez, 13(3): 60-5.
17. Lai, C.P.; Tsai, M.H.; Chen, M.; Chang, H.S.; Tay, H.H. Morphology and properties of denture acrylic resins cured by microwave energy and conventional water bath. *Dent Mater* 2004 Feb, 20(2), 133-41.
18. Yamamoto, E.T.; Destro, A.S.; Rosa, R.G.; Bagni, B.A.; Maekawa, M.Y.; Uemura, E.S. Avaliação da resistência flexural de resinas acrílicas polimerizadas por dois métodos. *RSBO*. 2009 jun, 6(2), 148-154.
19. De Clerck, J.P. Microwave polymerization of acrylic resins used in dental prostheses. *J Prosthet Dent.* 1987 May, 57(5), 650-8.
20. Hasan, H.R. Comparison of some physical properties of acrylic denture base material cured by water bath and microwave techniques. *Al-Rafidain Dent J.* 2003, 3, 143–7.
21. Berger, J.C.; Driscoll, C.F.; Romberg, E.; Luo, Q.; Thompson, G. Surface roughness of denture base acrylic resins after processing and after polishing. *J Prosthodont* 2006 May-Jun, 15(3), 180-6. doi: 10.1111/j.1532-849X.2006.00098.x

22. Moura, J.S.; da Silva, W.J.; Pereira, T.; Del Bel Cury, A.A.; Rodrigues Garcia, R.C. Influence of acrylic resin polymerization methods and saliva on the adherence of four *Candida* species. *J Prosthet Dent* 2006 Sep, 96(3). 205-11. doi: 10.1016/j.prosdent.2006.07.004
23. Quirynen, M.; Bollen, C.M. The influence of surface roughness and surface-free energy on supra- and subgingival plaque formation in man, a review of the literature. *J Clin Periodontol.* 1995, 22(1): 1–14.
24. Odian, G.; Principles of polymerization, 3rd ed., John Wiley & Sons: New York, USA, 1991; pp. 277.28
25. Lung, C.Y.; Darvell, B.W. Minimization of the inevitable residual monomer in denture base acrylic. *Dent Mater* 2005 Dec, 21(12), 1119-28. doi: 10.1016/j.dental.2005.03.003 .
26. Anusavise KJ. *Materiais dentários*. 10. Ed; Guanabara Koogan: Rio de Janeiro, Brasil; 1998.
27. Fernandes, A.U.; Portugal, A; Veloso, L.R.; Goiato, M.C.; Santos, D.M. Assessment of the flexural strength of two heat-curing acrylic resins for artificial eyes. *Braz Oral Res* 2009 Jul-Sep, 23(3), 263-7.
28. Fernandes, F.H.; Orsi, I.A.; Villabona, C.A. Effects of the peracetic acid and sodium hypochlorite on the colour stability and surface roughness of the denture base acrylic resins polymerised by microwave and water bath methods. *Gerodontology* 2013 Mar, 30(1), 18-25. doi: 10.1111/j.1741-2358.2012.00640.x .

NORMAS DA REVISTA

MATERIALS

Manuscript Submission Overview

Types of Publications

Materials has no restrictions on the length of manuscripts, provided that the text is concise and comprehensive. Full experimental details must be provided so that the results can be reproduced. Materials requires that authors publish all experimental controls and make full datasets available where possible (please read the guidelines about Supplementary Materials and references to unpublished data carefully).

Manuscripts submitted to Materials should neither been published before nor be under consideration for publication in another journal. The main article types are as follows:

Articles: research manuscripts that report new evidence or new conclusions. The journal considers all original research manuscripts provided that the work reports scientifically sound experiments and provides a substantial amount of new information. Authors should not unnecessarily divide their work into several related manuscripts, although short Communications of preliminary, but significant, results will be considered. Replications of previous studies are permitted if clearly indicated as such.

Reviews: review manuscripts provide concise and precise updates on the latest progress made in a given area of research. Systematic reviews should follow the PRISMA guidelines.

Conference Papers: Expanded and high quality conference papers are also considered in Materials if they fulfill the following requirements: (1) the paper should be expanded to the size of a research article; (2) the conference paper should be cited and noted on the first page of the paper; (3) if the authors do not hold the copyright to the published conference paper, authors should seek the appropriate permission from the copyright holder; (4) authors are asked to disclose that it is conference paper in their cover letter

and include a statement on what has been changed compared to the original conference paper.

Submission Process

Manuscripts for Materials should be submitted online at susy.mdpi.com. The submitting author, who is generally the corresponding author, is responsible for the manuscript during the submission and peer-review process. The submitting author must ensure that all eligible co-authors have been included in the author list (read the criteria to qualify for authorship) and that they all have read and approved the submitted version of the manuscript. To submit your manuscript, register and log in to the submission website. Once you have registered, click here to go to the submission form for Materials. All co-authors can see the manuscript details in the submission system, if they register and log in using the e-mail address provided during manuscript submission.

Accepted File Formats

Authors must use the Microsoft Word template or LaTeX template to prepare their manuscript. Using the template file will substantially shorten the time to complete copy-editing and publication of accepted manuscripts. The total amount of data for all files must not exceed 120 MB. If this is a problem, please contact the editorial office Materials@mdpi.com. Accepted file formats are:

Microsoft Word: Manuscripts prepared in Microsoft Word must be converted into a single file before submission. When preparing manuscripts in Microsoft Word, the Materials Microsoft Word template file must be used. Please insert your graphics (schemes, figures, etc.) in the main text after the paragraph of its first citation.

LaTeX: Manuscripts prepared in LaTeX must be collated into one ZIP folder (include all source files and images, so that the Editorial Office can recompile the submitted PDF). When preparing manuscripts in LaTeX, please use the Materials LaTeX template files. You can now also use the online application [writeLaTeX](https://www.latexlive.com) to submit articles directly to Materials. The MDPI LaTeX template file should be selected from the [writeLaTeX](https://www.latexlive.com) template gallery.

Supplementary files: May be any format, but it is recommended that you use common, non-proprietary formats where possible (see below for further details).

Cover Letter

A cover letter must be included with each manuscript submission. It should be concise and explain why the content of your paper is significant, placing your findings in the context of existing work and why it fits the scope of the journal. Please confirm that neither the manuscript nor any parts of its content are currently under consideration or published in another journal. Any prior submissions of the manuscript to MDPI journals must be acknowledged. The names of proposed and excluded reviewers should be provided in the submission system, not in the cover letter.

Note for Authors Funded by the National Institutes of Health (NIH)

This journal automatically deposits papers to PubMed Central after publication of an issue. Authors do not need to separately submit their papers through the NIH Manuscript Submission System (NIHMS, <http://nihms.nih.gov/>).

Preparation of a Manuscript

General Considerations

Research manuscripts should comprise:

Front matter: Title, Author list, Affiliations, Abstract, Keywords

Research manuscript sections: Introduction, Results, Discussion, Materials and Methods, Conclusions (optional).

Back matter: Supplementary Materials, Acknowledgments, Author Contributions, Conflicts of Interest, References.

Review manuscripts should comprise the front matter, literature review sections and the back matter. The template file can also be used to prepare the front and back matter of your review manuscript. It is not necessary to follow the remaining structure. Structured reviews and meta-analyses should use the same structure as research articles and ensure they conform to the PRISMA guidelines.

Abstract graphic: Authors are encouraged to provide a graphical abstract as a self-explanatory image to appear alongside with the text abstract in the

Table of Contents. Figures should be a high quality image in any common image format. Note that images displayed online will be up to 11 by 9 cm on screen and the figure should be clear at this size.

Abbreviations should be defined in parentheses the first time they appear in the abstract, main text, and in figure or table captions.

SI Units (International System of Units) should be used. Imperial, US customary and other units should be converted to SI units whenever possible

Equations: If you are using Word, please use either the Microsoft Equation Editor or the MathType add-on. Equations should be editable by the editorial office and not appear in a picture format.

Research Data and supplementary materials: Note that publication of your manuscript implies that you must make all materials, data, and protocols associated with the publication available to readers. Please disclose at the submission stage any restrictions on the availability of materials or information. Read the information about Supplementary Materials and Data Deposit for additional guidelines.

Preregistration: Where authors have preregistered studies or analysis plans, links to the preregistration must be provided in the manuscript.

Guidelines and standards: MDPI follows standards and guidelines for certain types of research. See http://www.mdpi.com/editorial_process for further information.

Front Matter

These sections should appear in all manuscript types

Title: The title of your manuscript should be concise, specific and relevant. It should identify if the study reports (human or animal) trial data, or is a systematic review, meta-analysis or replication study.

Author List and Affiliations: Authors' full first and last names must be provided. The initials of any middle names can be added. The PubMed/MEDLINE standard format is used for affiliations: complete address information including city, zip code, state/province, country, and all email addresses. At least one author should be designated as corresponding author, and his or her email address and other details should be included at

the end of the affiliation section. Please read the criteria to qualify for authorship.

Abstract: The abstract should be a total of about 200 words maximum. The abstract should be a single paragraph and should follow the style of structured abstracts, but without headings: 1) **Background:** Place the question addressed in a broad context and highlight the purpose of the study; 2) **Methods:** Describe briefly the main methods or treatments applied. Include any relevant preregistration numbers, and species and strains of any animals used. 3) **Results:** Summarize the article's main findings; and 4) **Conclusion:** Indicate the main conclusions or interpretations. The abstract should be an objective representation of the article: it must not contain results which are not presented and substantiated in the main text and should not exaggerate the main conclusions.

Keywords: Three to ten pertinent keywords need to be added after the abstract. We recommend that the keywords are specific to the article, yet reasonably common within the subject discipline.

Research Manuscript Sections

Introduction: The introduction should briefly place the study in a broad context and highlight why it is important. It should define the purpose of the work and its significance, including specific hypotheses being tested. The current state of the research field should be reviewed carefully and key publications cited. Please highlight controversial and diverging hypotheses when necessary. Finally, briefly mention the main aim of the work and highlight the main conclusions. As far as possible, please keep the introduction comprehensible to scientists working outside the topic of the paper.

Results: Provide a concise and precise description of the experimental results, their interpretation as well as the experimental conclusions that can be drawn.

Discussion: Authors should discuss the results and how they can be interpreted in perspective of previous studies and of the working hypotheses. The findings and their implications should be discussed in the broadest context possible and limitations of the work highlighted. Future research

directions may also be mentioned. This section may be combined with Results.

Materials and Methods: They should be described with sufficient detail to allow others to replicate and build on published results. New methods and protocols should be described in detail while well-established methods can be briefly described and appropriately cited. Give the name and version of any software used and make clear whether computer code used is available. Include any pre-registration codes.

Conclusions: This section is not mandatory, but can be added to the manuscript if the discussion is unusually long or complex.

Patents: This section is not mandatory, but may be added if there are patents resulting from the work reported in this manuscript.

Back Matter

Supplementary Materials: Describe any supplementary material published online alongside the manuscript (figure, tables, video, spreadsheets, etc.). Please indicate the name and title of each element as follows Figure S1: title, Table S1: title, etc.

Acknowledgments: All sources of funding of the study should be disclosed. Clearly indicate grants that you have received in support of your research work and if you received funds to cover publication costs. Note that some funders will not refund article processing charges (APC) if the funder and grant number are not clearly and correctly identified in the paper. Funding information can be entered separately into the submission system by the authors during submission of their manuscript. Such funding information, if available, will be deposited to FundRef if the manuscript is finally published.

Author Contributions: Each author is expected to have made substantial contributions to the conception or design of the work; or the acquisition, analysis, or interpretation of data; or the creation of new software used in the work; or have drafted the work or substantively revised it; AND has approved the submitted version (and version substantially edited by journal staff that involves the author's contribution to the study); AND agrees to be personally accountable for the author's own contributions and for ensuring that questions related to the accuracy or integrity of any part of the work, even ones in which the author was not personally involved, are appropriately investigated, resolved, and documented in the literature.

For research articles with several authors, a short paragraph specifying their individual contributions must be provided. The following statements should

be used "X and Y conceived and designed the experiments; X performed the experiments; Y analyzed the data; Y wrote the paper." Authorship must include and be limited to those who have contributed substantially to the work. Please read the section concerning the criteria to qualify for authorship carefully.

Conflicts of Interest: Authors must identify and declare any personal circumstances or interest that may be perceived as inappropriately influencing the representation or interpretation of reported research results. If there is no conflict of interest, please state "The authors declare no conflict of interest." Any role of the funding sponsors in the design of the study; in the collection, analyses or interpretation of data; in the writing of the manuscript, or in the decision to publish the results must be declared in this section. If there is no role, please state "The founding sponsors had no role in the design of the study; in the collection, analyses, or interpretation of data; in the writing of the manuscript, and in the decision to publish the results".

References: References must be numbered in order of appearance in the text (including table captions and figure legends) and listed individually at the end of the manuscript. We recommend preparing the references with a bibliography software package, such as EndNote, ReferenceManager or Zotero to avoid typing mistakes and duplicated references. We encourage citations to data, computer code and other citable research material. Include the digital object identifier (DOI) for all references where available. If available online, you may use reference style 9. below.

Citations and References in Supplementary files are permitted provided that they also appear in the main text and in the reference list.

In the text, reference numbers should be placed in square brackets [], and placed before the punctuation; for example [1], [1–3] or [1,3]. For embedded citations in the text with pagination, use both parentheses and brackets to indicate the reference number and page numbers; for example [5] (p. 10). or [6] (pp. 101–105).

The reference list should include the full title, as recommended by the ACS style guide. Style files for Endnote and Zotero are available.

References should be described as follows, depending on the type of work:

Journal Articles:

1. Author 1, A.B.; Author 2, C.D. Title of the article. Abbreviated Journal Name Year, Volume, page range, DOI. Available online: URL (accessed on Day Month Year).

Books and Book Chapters:

2. Author 1, A.; Author 2, B. Book Title, 3rd ed.; Publisher: Publisher Location, Country, Year; pp. 154–196; ISBN.

3. Author 1, A.; Author 2, B. Title of the chapter. In Book Title, 2nd ed.; Editor 1, A.; Editor 2, B., Eds.; Publisher: Publisher Location, Country, Year; Volume 3, pp. 154–196; ISBN.

Unpublished work, submitted work, personal communication:

4. Author 1, A.B.; Author 2, C. Title of Unpublished Work. status (unpublished; manuscript in preparation).

5. Author 1, A.B.; Author 2, C. Title of Unpublished Work. Abbreviated Journal Name stage of publication (under review; accepted; in press).

6. Author 1, A.B. (University, City, State, Country); Author 2, C. (Institute, City, State, Country). Personal communication, Year.

Conference Proceedings:

7. Author 1, A.B.; Author 2, C.D.; Author 3, E.F. Title of Presentation. In Title of the Collected Work (if available), Proceedings of the Name of the Conference, Location of Conference, Country, Date of Conference; Editor 1, Editor 2, Eds. (if available); Publisher: City, Country, Year (if available); Abstract Number (optional), Pagination (optional).

Thesis:

8. Author 1, A.B. Title of Thesis. Level of Thesis, Degree-Granting University, Location of University, Date of Completion.

Websites:

9. Title of Site. Available online: URL (accessed on Day Month Year).

Unlike published works, websites may change over time or disappear, so we encourage you create an archive of the cited website using a service such as WebCite. Archived websites should be cited using the link provided as follows:

10. Title of Site. URL (archived on Day Month Year).

See the Reference List and Citations Guide for more detailed information.

Preparing Figures, Schemes and Tables

File for Figures and schemes must be provided during submission in a single zip archive and at a sufficiently high resolution (minimum 1000 pixels

width/height, or a resolution of 300 dpi or higher). Common formats are accepted, however, TIFF, JPEG, EPS and PDF are preferred.

Materials can publish multimedia files in articles or as supplementary materials. Please contact the editorial office for further information.

All Figures, Schemes and Tables should be inserted into the main text close to their first citation and must be numbered following their number of appearance (Figure 1, Scheme I, Figure 2, Scheme II, Table 1, etc.).

All Figures, Schemes and Tables should have a short explanatory title and caption.

All table columns should have an explanatory heading. To facilitate the copy-editing of larger tables, smaller fonts may be used, but no less than 8 pt. in size. Authors should use the Table option of Microsoft Word to create tables. Authors are encouraged to prepare figures and schemes in color (RGB at 8-bit per channel). There is no additional cost for publishing full color graphics.

[Return to top]

Supplementary Materials, Data Deposit and Software Source Code Data Availability

In order to maintain the integrity, transparency and reproducibility of research records, authors must make their experimental and research data openly available either by depositing into data repositories or by publishing the data and files as supplementary information in this journal.

Computer Code and Software

For work where novel computer code was developed, authors should release the code either by depositing in a recognized, public repository or uploading as supplementary information to the publication. The name and version of all software used should be clearly indicated.

Supplementary Material

Additional data and files can be uploaded as "Supplementary Files" during the manuscript submission process. The supplementary files will also be available to the referees as part of the peer-review process. Any file format is acceptable, however we recommend that common, non-proprietary formats are used where possible.

Unpublished Data

Restrictions on data availability should be noted during submission and in the manuscript. "Data not shown" should be avoided: authors are encouraged to publish all observations related to the submitted manuscript as Supplementary Material. "Unpublished data" intended for publication in a manuscript that is either planned, "in preparation" or "submitted" but not yet accepted, should be cited in the text and a reference should be added in the References section. "Personal Communication" should also be cited in the text and reference added in the References section. (see also the MDPI reference list and citations style guide).

Remote Hosting and Large Data Sets

Data may be deposited with specialized service providers or institutional/subject repositories, preferably those that use the DataCite mechanism. Large data sets and files greater than 60 MB must be deposited in this way. For a list of repositories specialized in scientific and experimental data, please consult databib.org or re3data.org. The data repository name, link to the data set (URL) and accession number, doi or handle number of the data set must be provided in the paper. The journal Data also accepts submissions of data set papers.

References in Supplementary Files

Citations and References in Supplementary files are permitted provided that they also appear in the reference list of the main text.

Research and Publication Ethics

Research Ethics

Research Involving Human Subjects

When reporting on research that involves human subjects, human material, human tissues or human data, authors must declare that the investigations were carried out following the rules of the Declaration of Helsinki of 1975 (<https://www.wma.net/what-we-do/medical-ethics/declaration-of-helsinki/>), revised in 2008. According to point 23 of this declaration, an approval from an ethics committee should have been obtained before undertaking the research. As a minimum, a statement including the project identification code, date of approval and name of the ethics committee or institutional

review board should be cited in the Methods Section of the article. Data relating to individual participants must be described in detail, but private information identifying participants need not be included unless the identifiable materials are of relevance to the research (for example, photographs of participants' faces that show a particular symptom). Editors reserve the right to reject any submission that does not meet these requirements.

Example of an ethical statement: "All subjects gave their informed consent for inclusion before they participated in the study. The study was conducted in accordance with the Declaration of Helsinki, and the protocol was approved by the Ethics Committee of XXX (Project identification code)."

A written informed consent for publication must be obtained from participating patients who can be identified (including by the patients themselves). Patients' initials or other personal identifiers must not appear in an image. For manuscripts that include any case details, personal information, and/or images of patients, authors must obtain signed informed consent from patients (or their relatives/guardians) before submitting to an MDPI journal. Patient details must be anonymized as far as possible, e.g., do not mention specific age, ethnicity, or occupation where they are not relevant to the conclusions.

You may refer to our sample form and provide an appropriate form after consulting with your affiliated institution. Alternatively, you may provide a detailed justification of why informed consent is not necessary. For the purposes of publishing in MDPI journals, a consent, permission, or release form should include unlimited permission for publication in all formats (including print, electronic, and online), in sublicensed and reprinted versions (including translations and derived works), and in other works and products under open access license. To respect patients' and any other individual's privacy, please do not send signed forms. The journal reserves the right to ask authors to provide signed forms if necessary.

Publication Ethics Statement

Materials is a member of the Committee on Publication Ethics (COPE). We fully adhere to its Code of Conduct and to its Best Practice Guidelines.

The editors of this journal enforce a rigorous peer-review process together with strict ethical policies and standards to ensure to add high quality

scientific works to the field of scholarly publication. Unfortunately, cases of plagiarism, data falsification, image manipulation, inappropriate authorship credit, and the like, do arise. The editors of Materials take such publishing ethics issues very seriously and are trained to proceed in such cases with a zero tolerance policy.

Authors wishing to publish their papers in Materials must abide to the following:

Any facts that might be perceived as a possible conflict of interest of the author(s) must be disclosed in the paper prior to submission.

Authors should accurately present their research findings and include an objective discussion of the significance of their findings.

Data and methods used in the research need to be presented in sufficient detail in the paper, so that other researchers can replicate the work.

Raw data should preferably be publicly deposited by the authors before submission of their manuscript. Authors need to at least have the raw data readily available for presentation to the referees and the editors of the journal, if requested. Authors need to ensure appropriate measures are taken so that raw data is retained in full for a reasonable time after publication.

Simultaneous submission of manuscripts to more than one journal is not tolerated.

Republishing content that is not novel is not tolerated (for example, an English translation of a paper that is already published in another language will not be accepted).

If errors and inaccuracies are found by the authors after publication of their paper, they need to be promptly communicated to the editors of this journal so that appropriate actions can be taken. Please refer to our policy regarding publication of publishing addenda and corrections.

Your manuscript should not contain any information that has already been published. If you include already published figures or images, please obtain the necessary permission from the copyright holder to publish under the CC-BY license. For further information, see the Rights and Permissions page.

Plagiarism, data fabrication and image manipulation are not tolerated.

Plagiarism is not acceptable in Materials submissions.

Plagiarism includes copying text, ideas, images, or data from another source, even from your own publications, without giving any credit to the original source.

Reuse of text that is copied from another source must be between quotes and the original source must be cited. If a study's design or the manuscript's structure or language has been inspired by previous works, these works must be explicitly cited.

If plagiarism is detected during the peer review process, the manuscript may be rejected. If plagiarism is detected after publication, we may publish a correction or retract the paper.

Image files must not be manipulated or adjusted in any way that could lead to misinterpretation of the information provided by the original image.

Irregular manipulation includes: 1) introduction, enhancement, moving, or removing features from the original image; 2) grouping of images that should obviously be presented separately (e.g., from different parts of the same gel, or from different gels); or 3) modifying the contrast, brightness or color balance to obscure, eliminate or enhance some information.

If irregular image manipulation is identified and confirmed during the peer review process, we may reject the manuscript. If irregular image manipulation is identified and confirmed after publication, we may correct or retract the paper.

Our in-house editors will investigate any allegations of publication misconduct and may contact the authors' institutions or funders if necessary. If evidence of misconduct is found, appropriate action will be taken to correct or retract the publication. Authors are expected to comply with the best ethical publication practices when publishing with MDPI.

Suggesting Reviewers

During the submission process, please suggest three potential reviewers with the appropriate expertise to review the manuscript. The editors will not necessarily approach these referees. Please provide detailed contact information (address, homepage, phone, e-mail address). The proposed referees should neither be current collaborators of the co-authors nor have published with any of the co-authors of the manuscript within the last five years. Proposed reviewers should be from different institutions to the authors. You may identify appropriate Editorial Board members of the journal as potential reviewers. You may suggest reviewers from among the authors that you frequently cite in your paper.

English Corrections

To facilitate proper peer-reviewing of your manuscript, it is essential that it is submitted in grammatically correct English. Advice on some specific language points can be found here.

If you are not a native English speaker, we recommend that you have your manuscript professionally edited before submission or read by a native English-speaking colleague. This can be carried out by MDPI's English editing service. Professional editing will mean that reviewers and future readers are better able to read and assess the content of your manuscript. All accepted manuscript undergo language editing, however an additional fee will be charged to authors if very extensive English corrections must be made by the Editorial Office: pricing is according to the service here.

Preprints

Materials accepts articles that have previously been made available as preprints, provided that they have not undergone peer review (see the article types section for information regarding conference papers).

MDPI operates Preprints, a preprint server, to which you can upload submitted papers directly after completing your journal submission. Note that Preprints operates independently of the journal and posting a preprint does not affect the peer review process. You can check the Preprints instructions for authors for further information.

Qualification for Authorship

Each author is expected to have made substantial contributions to the conception or design of the work; or the acquisition, analysis, or interpretation of data; or the creation of new software used in the work; or have drafted the work or substantively revised it. In addition, all authors must AND has approved the submitted version (and any substantially modified version that involves the author's contribution to the study); AND agrees to be personally accountable for the author's own contributions and for ensuring that questions related to the accuracy or integrity of any part of the work, even those in which the author was not personally involved, are appropriately investigated, resolved, and documented in the literature. Note that acquisition of funding, collection of data, or general supervision of the research group do not, by themselves, justify authorship. Those who

contributed to the work but do not qualify for authorship should be listed in the acknowledgements.

More detailed guidance on authorship is given by the International Council of Medical Journal Editors (ICMJE). The journal also adheres to the standards of the Committee on Publication Ethics (COPE) that "all authors should agree to be listed and should approve the submitted and accepted versions of the publication. Any change to the author list should be approved by all authors including any who have been removed from the list. The corresponding author should act as a point of contact between the editor and the other authors and should keep co-authors informed and involve them in major decisions about the publication (e.g. answering reviewers' comments)." [1]. We reserve the right to request confirmation that all authors meet the authorship conditions.

Wager, E.; Kleinert, S. Responsible research publication: international standards for authors. A position statement developed at the 2nd World Conference on Research Integrity, Singapore, July 22-24, 2010. In *Promoting Research Integrity in a Global Environment*; Mayer, T., Steneck, N., eds.; Imperial College Press / World Scientific Publishing: Singapore; Chapter 50, pp. 309-16.

Editorial Procedures and Peer-Review

Initial Checks

All submitted manuscripts received by the Editorial Office will be checked by a professional in-house Managing Editor to determine whether it is properly prepared and whether the manuscript follows the ethical policies of the journal. Manuscripts that do not fit the journals ethical policy will be rejected before peer-review. Manuscripts that are not properly prepared will be returned to the authors for revision and resubmission. After these checks, the Managing Editor will consult the journals' Editor-in-Chief or the Guest Editor (or an Editorial Board member in case of a conflict of interest) to determine whether the manuscript fits the scope of the journal and whether it is scientifically sound. No judgment on the significance or potential impact of the work will be made at this stage. Reject decisions at this stage will be verified by the Editor-in-Chief.

Peer-Review

Once a manuscript passes the initial checks, it will be assigned to at least two independent experts for peer-review. A single-blind review is applied, where authors' identities are known to reviewers. Peer review comments are confidential and will only be disclosed with the express agreement of the reviewer.

In the case of regular submissions, in-house assistant editors will invite experts, including recommendations by an academic editor. These experts may also include Editorial Board members and Guest Editors of the journal. In the case of a special issue, the Guest Editor will advise on the selection of reviewers.

Potential reviewers suggested by the authors may also be considered. Reviewers should not have published with any of the co-authors during the past five years and should not currently work or collaborate with one of the institutes of the co-authors of the submitted manuscript.

Editorial Decision and Revision

All the articles, reviews and communications published in MDPI journals go through the peer-review process and receive at least two reviews. The in-house editor will communicate the decision of the academic editor, which will be one of the following:

Accept after Minor Revisions:

The paper is in principle accepted after revision based on the reviewer's comments. Authors are given five days for minor revisions.

Reconsider after Major Revisions:

The acceptance of the manuscript would depend on the revisions. The author needs to provide a point by point response or provide a rebuttal if some of the reviewer's comments cannot be revised. Usually, only one round of major revisions is allowed. Authors will be asked to resubmit the revised paper within ten days and the revised version will be returned to the reviewer for further comments.

Reject and Encourage Resubmission:

An article where additional experiments are needed to support the conclusions will be rejected and the authors will be encouraged to re-submit the paper once further experiments have been conducted.

Reject:

The article has serious flaws, makes no original contribution, and the paper is rejected with no offer of resubmission to the journal.

All reviewer comments should be responded to in a point-by-point fashion. Where the authors disagree with a reviewer, they must provide a clear response.

Author Appeals

Authors may appeal a rejection by sending an e-mail to the Editorial Office of the journal. The appeal must provide a detailed justification, including point-by-point responses to the reviewers' and/or Editor's comments. The Managing Editor of the journal will forward the manuscript and relating information (including the identities of the referees) to an Editorial Board member. If no appropriate Editorial Board member is available, the editor will identify a suitable external scientist. The Editorial Board member will be asked to give an advisory recommendation on the manuscript and may recommend acceptance, further peer-review, or uphold the original rejection decision. A reject decision at this stage will be final and cannot be revoked.

In the case of a special issue, the Managing Editor of the journal will forward the manuscript and relating information (including the identities of the referees) to the Editor-in-Chief who will be asked to give an advisory recommendation on the manuscript and may recommend acceptance, further peer-review, or uphold the original rejection decision. A reject decision at this stage will be final and cannot be revoked.

Production and Publication

Once accepted, the manuscript will undergo professional copy-editing, English editing, proofreading by the authors, final corrections, pagination, and, publication on the www.mdpi.com website.