

**UNIVERSIDADE DE UBERABA**  
**MESTRADO ACADÊMICO EM ODONTOLOGIA**  
**PAULA MORENO LIMA**

**INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE PLASMA ATMOSFÉRICO EM DENTINA E EM  
RESINA COMPOSTA NO ÂNGULO DE CONTATO E NA RESISTÊNCIA DE  
UNIÃO DE UM CIMENTO AUTOADESIVO**

**UBERABA - MG**

**2021**



PAULA MORENO LIMA

INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE PLASMA ATMOSFÉRICO EM DENTINA E EM  
RESINA COMPOSTA NO ÂNGULO DE CONTATO E NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO  
DE UM CIMENTO AUTOADESIVO

Dissertação apresentada como parte dos requisitos  
para a obtenção do título de Mestra em  
Odontologia na área de concentração: Clínica  
Odontológica Integrada.

Orientadora: Profa. Dra. Ana Paula Ayres Oliveira

UBERABA- MG

2021

i

Catálogo elaborado pelo Setor de Referência da Biblioteca Central UNIUBE

L628i Lima, Paula Moreno.  
Influência da aplicação de plasma atmosférico em dentina e em resina composta no ângulo de contato e na resistência de união de um cimento autoadesivo / Paula Moreno Lima. – Uberaba-MG, 2021.

42 f. il. : color.

Dissertação (Mestrado) – Universidade de Uberaba. Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Paula Ayres Oliveira

1. Cimentos dentários. 2. Dentina. 3. Resinas dentárias. I. Oliveira, Ana Paula Ayres. II. Universidade de Uberaba. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

CDD: 617.634

PAULA MORENO LIMA


INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE PLASMA ATMOSFÉRICO EM DENTINA E EM RESINA COMPOSTA NO ÂNGULO DE CONTATO E NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM CIMENTO AUTOADESIVO

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestra em Odontologia do Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Mestrado da Universidade de Uberaba.


Área de concentração: Clínica Odontológica Integrada.

Aprovado em: 09/03/2021

BANCA EXAMINADORA:

  
Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Ana Paula Ayres Oliveira  
Orientadora  
Universidade de Uberaba

  
Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Denise Tornavoi de Castro  
Universidade de Uberaba

  
Prof. Dr. Marcelo Gianni  
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



## **DEDICATÓRIA**

Em especial aos meus amados pais, Valéria e Ricardo, pelo amor e carinho incondicional. Nunca mediram esforços para alcançar meus desejos e vontades. Sempre me ensinaram o valor do estudo e do conhecimento, mas acima de tudo, como ser uma pessoa melhor a cada dia. Exemplos de humildade, honestidade e integridade. Dedico essa vitória a vocês.

A toda minha família e amigos que direta ou indiretamente contribuíram com essa grande conquista.

Dedico este trabalho a todas as pessoas envolvidas de forma direta ou indireta, que contribuíram para o enriquecimento do mesmo.





## AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus pela vida, pela minha família e por todas as oportunidades de crescimento pessoal e profissional que tive.

À Universidade de Uberaba, através do Magnífico Reitor Dr. Marcelo Palmério.

À Pró-Reitoria de Pós-Graduação, Pesquisa e Extensão da Universidade de Uberaba, na pessoa do Pró-Reitor Prof. Dr. André Luís Teixeira Fernandes.

À CAPES, pela concessão do auxílio financeiro sob a forma de PROSUP TAXA/BOLSA de estudos. Às agências de fomento CNPq (PIBIT) e FAPEMIG (PIBIC) e ao PAPE-UNIUBE pela concessão de auxílio financeiro para o desenvolvimento do projeto.

Ao Prof. Dr. Gilberto que participou da minha formação acadêmica e pelas inúmeras oportunidades que me ofertou. Você foi responsável pelo meu primeiro contato com a pesquisa, como aluna de iniciação científica, obrigada por todos os conselhos e orientações durante minha formação. Sua história de vida e dedicação pelo que faz são meus maiores exemplos de incentivo e admiração. Sou muito grata por tudo que me ensinou.

À Profa. Dra. Renata, que foi uma das pessoas que me encorajava e incentivava a fazer o mestrado.

Aos professores que aceitaram o meu convite para participar da minha banca de defesa: Ana Paula Ayres Oliveira, Marcelo Giannini, Denise Tornavoi de Castro, Gabriel Nimba e Saturnino Calabrez Filho

Aos professores do Mestrado por todo conhecimento e aprendizado.

Agradeço a toda minha família que são meu porto seguro, meu apoio e incentivo. A minha mãe Valéria, por ser meu exemplo de mulher. Uma mãe, esposa, filha maravilhosa e batalhadora, que sempre me incentivou a estudar bastante e a correr atrás dos meus sonhos. Sempre com os melhores conselhos, me acalmava nos momentos mais difíceis e nunca deixou de acreditar no meu potencial. Mãe, eu te amo e te admiro muito, minha supermulher.

Ao meu pai Ricardo, uma pessoa com muitos valores, de poucas palavras, mas de muitos exemplos. Muito trabalhador, muito presente, nunca mediu esforços para me oferecer tudo do bom e do melhor. Sempre me ajudou nos trabalhos de escola e não foi diferente no mestrado, sempre muito criativo e com boas ideias, me ajudou a confeccionar um dispositivo para esta tese, tem um pouco de você nesse trabalho. Te admiro e te amo muito.



Aos meus irmãos Ricardo e Laís, sempre muito carinhosos e prestativos, me socorreram quando eu precisava de ajuda, meus melhores amigos. O apoio de vocês foi muito importante para mim, vocês me inspiram, minha admiração e amor por vocês é grande.

Ao Igor, uma pessoa muito especial que entrou na minha vida, meu amigo, meu namorado. Sempre disposto a me ajudar, seu apoio e seus conselhos foram essenciais para o meu crescimento. Obrigada pela parceria, pela paciência, pelo carinho e amor.

Aos meus bons e velhos amigos, da época da escola e da graduação vocês são muito importantes para mim, amizades que levo no coração. Aos meus colegas de Mestrado Taíssa, Fernanda, Carol, Gabriela e Ivan por dividirmos nossas preocupações, angústias e alegrias por esses 2 anos. Nosso aprendizado foi grande e torço muito pelo sucesso na carreira de cada um. Em especial, agradeço a minha grande amiga Taíssa, que conquistei durante a graduação. Obrigada pela amizade, hospedagens e carinho. Sempre me ajudando e me amparando, como uma irmã. Estará sempre em meu coração.

Não poderia deixar de agradecer aos alunos orientados pela professora Ana Paula, na iniciação científica: Paulo Ricardo e Micaella. Obrigada por todo auxílio no laboratório e por me permitirem aprender com vocês.

Aos funcionários da universidade e aos professores que ajudaram de alguma forma, na concretização deste trabalho. Ao pessoal do laboratório do bloco H da Universidade de Uberaba, aos queridos Marcelo, Nominato Martins e Antônio por todo auxílio.

Às “meninas” da PROPEPE Aline Beatriz, Samara Augusta, Rubiana Riposatti e a Cristiane.

Ao laboratório de Engenharia da UFTM. Especialmente aos professores: Rogério Gelamo e Emiliane Naves.

E por último, mas não menos importante, a minha querida orientadora Profa. Dra. Ana Paula A. Oliveira, obrigada por ter aceitado ser minha orientadora e pela confiança depositada em mim, para que pudéssemos trabalhar juntas. Agradeço pelas inúmeras oportunidades que me ofereceu durante esses dois anos, as quais me fizeram crescer e batalhar pelos meus objetivos. Sou muito grata por cada palavra de incentivo, compreensão e por me acalmar diversas vezes, quando eu pensava que não havia solução. Obrigada por todos os ensinamentos e por toda paciência em ensinar o que muitas vezes parecia incompreensível aos meus olhos. Você é uma pessoa com muitos valores e de uma didática impecável. Admiro muito o seu trabalho.

Agradeço a todos que direta ou indiretamente contribuíram para realização deste trabalho.



“Dê ao mundo o melhor de você. Mas isso pode não ser o bastante. Dê o melhor de você assim mesmo. Veja você que, no final das contas, é tudo entre você e Deus. Nunca foi entre você e os outros.”

(Madre Teresa de Calcutá)



## RESUMO

Os cimentos resinosos autoadesivos apresentam propriedades físicas interessantes para cimentação adesiva na Odontologia. Entretanto, o desempenho dessa nova linha de materiais é fortemente dependente das características do substrato que receberá a restauração indireta cimentada. A aplicação de plasma não térmico (PLA) tem mostrado potencial benéfico na adesão em diferentes tipos de superfícies odontológicas. Objetivo: Este estudo teve como objetivo avaliar a influência da aplicação do PLA na resistência de união imediata de um cimento autoadesivo à dentina e a um compósito microhíbrido, tratados ou não com PLA. O ângulo de contato formado por líquidos nestes dois substratos também foi avaliado e comparado após o tratamento com PLA para detectar possíveis alterações nas características hidrofílicas. Materiais e Métodos: Dez molares humanos foram seccionados para exposição da porção média dentinária e dez blocos de compósito (Essentia, GC) foram confeccionados (12 x 10 x 1.5 mm). Os grupos (n=5) foram definidos de acordo com a aplicação do PLA por 30 s em dentina (D+PLA) ou em resina composta (R+PLA). Os grupos controles (D e R) não receberam PLA. Quatro cilindros de cimento resinoso (G-CEM LinkAce, GC) foram confeccionados utilizando moldes de silicone (orifício: 1.2mm altura x 0.9mm diâmetro) posicionados nos substratos e armazenado em água destilada por 24 horas. Dois cilindros de cada amostra foram testados até a fratura em ensaio de resistência de união (RU) por microcisalhamento. A área de fratura foi observada em microscopia óptica para análise do padrão de falha. Outras fatias de dentina e de compósito foram obtidas para a avaliação do ângulo de contato formado na superfície desses dois substratos (n=4) utilizando água deionizada, formamida e  $\alpha$ -bromonaftaleno em um goniômetro para determinar o efeito do PLA na energia de interação livre total. O teste ANOVA ( $p = 0.05$ ) foi utilizado em ambas metodologias. Não houve diferenças estatisticamente significantes entre as médias de RU imediatas ( $p = 0.574$ ). Falhas adesivas foram dominantes para todos os grupos. O PLA tornou as superfícies da dentina ( $p = 0.0493$ ) e do compósito ( $p = 0.0064$ ) mais hidrófilas em relação aos respectivos grupos controles. Conclusão: A aplicação de plasma não mostrou influência na RU e no padrão de fratura do cimento G-CEM LinkAce à dentina e a um compósito após 24h. Entretanto, as superfícies funcionalizadas com PLA se tornaram menos hidrófobas em comparação aos grupos sem tratamento.

**Palavras-chave:** Dentina, Resinas Compostas, Cimentos Dentários, Gases em Plasma





## ABSTRACT

Self-adhesive resin cements present interesting physical properties for adhesive luting in Dentistry. However, the performance of this new line of materials is strongly dependent on the characteristics of the substrate that will receive the luted indirect restoration. The non-thermal plasma (PLA) application has shown a beneficial potential for adhesion on different types of dental surfaces. Objective: This study aimed to evaluate the influence of PLA application on the immediate bond strength of a self-adhesive cement to dentin and a micro-hybrid composite, treated or not with PLA. The contact angle formed by liquids on these two substrates was also evaluated and compared after treatment with PLA to detect possible changes in hydrophilic characteristics. Materials and Methods: Ten human molars were sectioned to expose the dentin middle portion and ten composite blocks (Essentia, GC) were made (12 x 10 x 1.5 mm). The groups (n = 5) were defined according to the PLA application for 30 s in dentin (D + PLA) or in composite resin (R + PLA). Control groups (D and R) did not receive PLA. Four cylinders of luting resin (G-CEM LinkAce, GC) were built-up using silicone molds (hole: 1.2mm height x 0.9mm diameter) positioned on the substrates and stored in distilled water for 24 hours. Two cylinders of each specimen were loaded until failure in microshear bond strength (MSBS) test. The fracture area was observed in optical microscopy to analyze the failure pattern. Other dentin and composite slices were obtained to evaluate the contact angle formed on the surface of these two substrates (n = 4) using deionized water, formamide and  $\alpha$ -bromonaphthalene in a goniometer to determine the effect of PLA on the total free interaction energy. The ANOVA test ( $p = 0.05$ ) was used in both methodologies. There were no statistically significant differences between the immediate MSBS averages ( $p = 0.574$ ). Adhesive failures were dominant for all groups. PLA turned the surfaces of dentin ( $p = 0.0493$ ) and resin composite ( $p = 0.0064$ ) into more hydrophilic than the respective control groups. Conclusion: Plasma application did not influence the bond strength and the failure pattern of G-CEM LinkAce to dentin and to a composite after 24 hours. However, the functionalized with PLA surfaces became less hydrophobic compared to the untreated groups.

**Keyword:** Dentin, Composite Resins, Dental Cements, Plasma Gases



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Material (lote) e composição química .....	20
Tabela 2. Média (desvio padrão) da resistência de união (MPa) de um cimento resinoso autoadesivo ao compósito e à dentina com ou sem aplicação de plasma .....	27
Tabela 3. Padrão de fratura (%) .....	27
Tabela 4. Valores dos componentes apolares ( $\Delta G_{sas}^{LW}$ ) e componentes polares ( $\Delta G_{sas}^{AB}$ ) da energia total de interação livre ( $\Delta G_{sas}^{TOT}$ ) .....	28



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Fluxograma de divisão dos grupos de estudo .....	19
Figura 2: Aplicação de PLA em dentina (A) e aplicação de PLA em resina (B).....	21
Figura 3: Dispositivo/molde da matriz de silicone .....	22
Figura 4: Matriz removida do molde após polimerização do silicone por adição .....	22
Figura 5: Dispositivo de carga personalizado.....	23
Figura 6: Posicionamento da amostra em máquina EMIC DL 3000 para teste de cisalhamento. Vista lateral .....	23
Figura 7: Posicionamento da amostra em máquina EMIC DL 3000 para teste de cisalhamento. Vista frontal .....	23
Figura 8: Aparelho Goniômetro (Kruss Advance for Drop Shape Analyzers Versão 1.7) .....	25
Figura 9: Gota de água deionizada sendo depositada na superfície da amostra de resina composta .....	25



## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA	Análise de variância
C=C	Duplas ligações de carbono
°C	Grau Celsius
mm	Milímetro
n	Número amostral
N	Newton
PVC	Policloreto de polivinila
µm	Micrometro
W	Watts
Nm	Nanometro
MPa	Megapascal
UDMA	Uretano dimetracrilato
PLA	Plasma não térmico
s	Segundos
ml	Microlitros
OH	Hidroxila





## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b>	14
<b>2. OBJETIVO</b>	18
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS</b>	19
3.1 PREPARO DAS AMOSTRAS PARA O TESTE DE MICROCISALHAMENTO	19
3.1.1 Preparo das amostras de dentina	19
3.1.2 Preparo das amostras de resina composta	20
3.1.3 Aplicação do plasma não térmico	21
3.1.4 Cimentação adesiva	22
3.2 ENSAIO MECÂNICO DE MICROCISALHAMENTO	23
3.2.1 Análise do padrão de fratura	24
3.3 PREPARO DAS AMOSTRAS PARA MEDIÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO	24
3.4 MEDIÇÃO DE HIDROFOBICIDADE PELO MÉTODO DA GOTA SÉSSIL	24
3.4.1 Determinação da energia livre de interação e da variação da energia livre de adesão	25
3.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA	26
<b>4 RESULTADOS</b>	27
4.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO POR MICROCISALHAMENTO	27
4.2 DETERMINAÇÃO DA ENERGIA LIVRE DE INTERAÇÃO E DA VARIAÇÃO DA ENERGIA LIVRE DE ADESÃO	27
<b>5 DISCUSSÃO</b>	29
<b>6 CONCLUSÃO</b>	34
<b>REFERÊNCIAS</b>	35
<b>ANEXO A – CERTIFICADO DE APRESENTAÇÃO PARA APRECIÇÃO ÉTICA</b>	41



## 1 INTRODUÇÃO

Os avanços da Odontologia Adesiva têm aumentado o interesse clínico por restaurações indiretas livres de metal na reconstrução de perdas extensas de estruturas dentais causadas por fraturas, desgastes, cárie, entre outros fatores. Esses tipos de restaurações necessitam de um agente cimentante para se fixarem ao dente preparado. Os cimentos resinosos odontológicos podem ser classificados quanto à reação de polimerização em: ativados quimicamente, fotoativados ou de dupla ativação, também conhecidos como *dual*. A maioria desses sistemas de cimentação indica a aplicação prévia de um sistema adesivo no substrato que irá receber a restauração indireta (Han *et al.*, 2019). Nesses casos, o adesivo geralmente não é fotoativado separadamente a fim de se evitar uma linha de cimentação espessa, sendo utilizado para auxiliar no escoamento do material cimentante e na formação de uma camada híbrida quando o substrato é dental (Manso *et al.*, 2011; Liu *et al.*, 2016). Em seguida, o conjunto é fotoativado através da restauração.

Alguns cenários clínicos são desafiadores e não permitem uma fotopolimerização adequada de materiais resinosos devido à forte atenuação da luz. Isto pode ser causado pela distância e/ou propriedades da fonte de luz fotoativadora ou ainda pelas características de absorção de luz dos materiais restauradores a serem cimentados (Mendonça *et al.*, 2019; Sartori *et al.*, 2019). A atenuação da fotoativação pode comprometer as propriedades físicas, mecânicas e adesivas do cimento resinoso, uma vez que a baixa intensidade de luz pode ser insuficiente para se alcançar um alto grau de conversão dos monômeros. Falhas na fotopolimerização de cimentos resinosos podem levar ao insucesso clínico da restauração, que pode ser caracterizado pelo aumento de microinfiltração marginal, maior sorção e solubilidade da linha de cimentação e pode levar até mesmo ao descolamento da peça protética (Obici *et al.*, 2006; Ribeiro *et al.*, 2012).

Com o intuito de combinar facilidade técnica com a diminuição dos problemas relacionados à uma fotopolimerização insuficiente dos cimentos resinosos, os fabricantes odontológicos desenvolveram os cimentos autoadesivos. Estes materiais possuem componentes em sua composição que dispensam a etapa prévia de aplicação de sistema adesivo no substrato, reduzindo assim o tempo de aplicação e a sensibilidade técnica (Kim *et al.*, 2014). Para isso, esses sistemas de cimentação simplificados apresentam características hidrofílicas e ácidas, com o objetivo de obter uma maior interação químico-mecânica com os substratos dentais. Desse modo, espera-se alcançar um molhamento adequado das estruturas dentais ao mesmo

tempo em que se produza uma desmineralização superficial, semelhante às dos sistemas adesivos autocondicionantes (Ferracane *et al.*, 2011; Han *et al.*, 2019).

Essas propriedades foram alcançadas por meio da adição de monômeros funcionais na composição dos cimentos resinosos autoadesivos, além de mecanismos de dupla ativação e partículas de carga capazes de neutralizar o baixo pH inicial. Entretanto, para que o pH do cimento seja gradualmente elevado, os monômeros funcionais precisam se ligar a partículas de Cálcio, presentes, por exemplo, nos cristais de hidroxiapatita encontrados em esmalte e dentina (Madruça, *et al.*, 2013; Gerth *et al.*, 2006). Conforme os monômeros hidrofílicos são consumidos na reação com a apatita, o cimento passa a apresentar característica mais hidrofóbica, o que é altamente desejável para se alcançar uma eficiente polimerização, minimizando sorção de água, expansão higroscópica e degradação hidrolítica (Roedel *et al.*, 2016).

Infelizmente, o cenário mais comum que leva à necessidade de uma restauração indireta envolve a ocorrência de grandes perdas de estrutura dentária, as necessitam de grandes reconstruções do remanescente dental por meio da confecção de núcleos de preenchimento à base de resina composta ou de metais (Kim *et al.*, 2014). Nesses casos, uma quantidade insuficiente de cristais de apatita na superfície de dentina e/ou esmalte fica disponível para fornecer átomos de Cálcio, os quais idealmente se ligariam aos monômeros funcionais dos cimentos autoadesivos. Esses monômeros residuais, não consumidos na reação química, podem causar um efeito negativo na reação de polimerização do cimento, pois o baixo pH resultante inibe a ação da amina aceleradora requerida pelo sistema fotoiniciador à base de canforoquinona, presente em praticamente todos os cimentos resinosos (Vrochari *et al.*, 2010; Sun *et al.*, 2018).

Considerando então que as características do substrato produzem um grande impacto no desempenho dos cimentos autoadesivos, algumas técnicas de modificação da superfície devem ser pesquisadas visando melhorar o molhamento e a reatividade química de diferentes tipos de superfícies odontológicas. A aplicação de plasma pode ser uma alternativa para a problemática dos substratos, pois trata-se de um gás ionizado que modifica as características de algumas superfícies, se comportando como uma “nuvem” de prótons, nêutrons e elétrons livres, diferentemente dos gases que são formados por átomos e moléculas neutras. O plasma é considerado o quarto estado da matéria e está presente abundância no universo. A tecnologia do plasma inicialmente foi desenvolvida em equipamentos à vácuo e frequentemente requeriam altas temperaturas para sua formação. Porém, com o avanço dos estudos esta tecnologia passou

a funcionar sem a necessidade de vácuo e de fontes de calor, sendo então estes denominados plasmas atmosféricos não térmicos. Este avanço tecnológico passou a permitir o seu uso em aplicações biomédicas, envolvendo células vivas (Fridman, *et al.*, 2005; Lee *et al.*, 2009; Kim *et al.*, 2019).

Vários gases diferentes podem ser utilizados para produzir plasma atmosférico, tais como hélio, argônio, nitrogênio e hélium, existindo alguns métodos de produção pelos quais o plasma atmosférico frio pode ser criado (Lee *et al.*, 2010; Hoffmann *et al.*, 2013). Alguns estudos sugerem que o PLA promove um aumento do molhamento de superfícies de interesse na Odontologia (Lopes *et al.*, 2014; Hirata *et al.*, 2015; Ayres *et al.*, 2018a), além de resultados promissores na adesão (Liu *et al.*, 2016; Ayres *et al.*, 2018b). Resultados positivos de resistência de união de sistemas adesivos à dentina foram relatados após 1 (Ayres *et al.*, 2018a) e 2 anos (Ayres *et al.*, 2018b) de armazenamento, os quais podem ser atribuídos ao aumento da hidrofilicidade da dentina, associado a um aumento na nanodureza e no módulo de elasticidade da camada híbrida de um sistema adesivo universal (Chen *et al.*, 2012; Ayres *et al.*, 2018a).

A ação específica do PLA nas modificações encontradas ainda não foi completamente esclarecida, mas alguns estudos já constataram que os jatos de PLA podem ser aplicados em locais específicos sob temperatura ambiente sem danificar tecidos orgânicos. Por isso dentes, gengiva, mucosa e pele aparentemente podem receber PLA em suas superfícies (Liu *et al.*, 2011; Ayres *et al.*, 2018b; Han *et al.*, 2019). A hipótese mais provável é que ocorra uma funcionalização da superfície em que o plasma é aplicado, promovendo um melhor preenchimento dos monômeros na camada híbrida e um aumento do grau de conversão dos sistemas adesivos, devido às espécies reativas depositadas nessas superfícies (Lai *et al.*, 2006; Zhang Y, Yu Q, & Wang Y., 2014). A aplicação de plasma em substratos de zircônia promoveu um aumento da energia de superfície, o que favoreceu o aumento na resistência de união por cisalhamento inicial utilizando o cimento G-CEM LinkAce (Kim *et al.*, 2019). Este tratamento também apresentou um efeito benéfico quando associado ao jateamento com óxido de alumínio (Ahn *et al.*, 2020), entretanto considera-se necessário o desenvolvimento de mais estudos a respeito da aplicação desta tecnologia em substrato dentinário e resinoso em associação com cimentos autoadesivos.

Sendo assim, o presente estudo visou investigar os impactos da aplicação de PLA na resistência de união de um cimento autoadesivo à dentina e à uma resina composta e a energia livre de superfície destes substratos após o tratamento. As hipóteses avaliadas foram que a funcionalização das superfícies de dentina e de um compósito: I) produziria maior resistência

de união a um cimento autoadesivo; II) promoveria um aumento da hidroflicidade da dentina e de um compósito tratados com plasma.

## 2. OBJETIVO

Este trabalho teve como objetivo, avaliar o efeito da aplicação de plasma em dentina e no compósito microhíbrido Essentia na:

- a) Resistência de união do cimento autoadesivo G-CEM LinkAce e no padrão de fratura;
- b) Energia livre de interação e a variação da energia livre de adesão das superfícies de dentina e de resina composta após a aplicação de plasma.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

O projeto foi submetido ao Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade de Uberaba. Após a aprovação do uso de terceiros molares humanos extraídos (CAAE: 34854720.4.0000.5145), os dentes obtidos foram mantidos em solução de timol a 0.05% sob refrigeração até utilização, não excedendo seis meses desde a coleta.

#### 3.1 PREPARO DAS AMOSTRAS PARA O TESTE DE MICROCISALHAMENTO

As amostras receberam protocolo de cimentação sendo divididos em quatro grupos: resina sem tratamento (R); resina com aplicação de PLA (RC+ PLA); dentina sem tratamento (D); aplicação de PLA na dentina (D+ PLA).

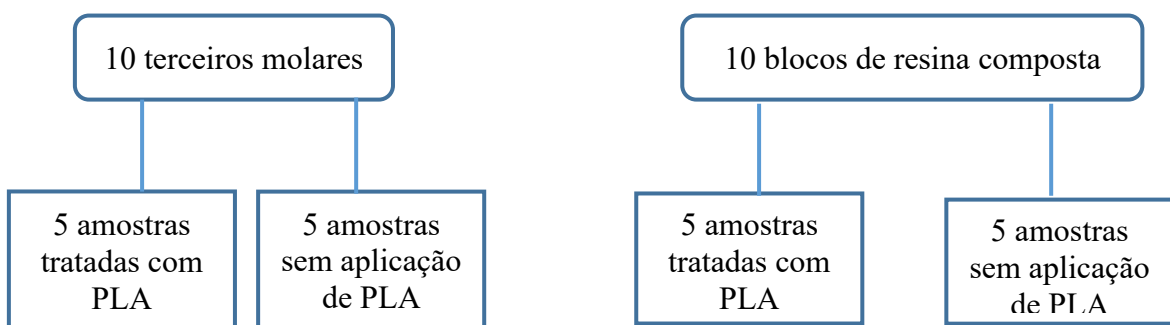


Figura 1: Fluxograma de divisão dos grupos de estudo.

##### 3.1.1 Preparo das amostras de dentina

Dez terceiros molares humanos hígidos, foram incluídos em cilindros de PVC (1.5 cm diâmetro x 2 cm altura) preenchidos com resina acrílica quimicamente ativada incolor (Vipi Flash, Vipi, SP, Brasil). Posteriormente tiveram o terço oclusal removido utilizando um disco diamantado (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) acoplado a uma cortadora de precisão (Isomet 100, Buehler, IL, EUA), sob irrigação constante. A superfície lisa produzida foi observada em microscópio óptico (Microscope 4421, Ken-A-Vision, EUA) para certificar a ausência de esmalte. A *smear layer* foi padronizada através de lixa de carbeto de silício granulação #600, utilizando uma politriz (APL-4, Arotec S.A. Ind. Com., SP, Brasil) durante 10s sob irrigação constante. Jato de ar e água da seringa tríplice foi utilizado por 30s para limpeza da superfície



dentinária. Nos grupos que não receberam PLA, o cimento resinoso autoadesivo G-CEM LinkAce (GC Corporation, Japão) foi aplicado logo após essa etapa, conforme descrito no item 3.1.4.

### 3.1.2 Preparo das amostras de resina composta

Moldes de blocos (12 x 10 x 1.5 mm) foram confeccionados com silicone por condensação (Zetalabor, Zhermack, Alemanha). A resina composta microhíbrida Essentia (cor Light Dentin, GC Corporation, Japão) cuja composição pode ser encontrada na Tabela 1, foi inserida no espaço padronizado dos moldes para a obtenção de blocos, os quais tiveram a superfície exposta polimerizada por 10 segundos com uma unidade LED fotoativadora de alta potência (VALO, Ultradent; sem fio; modo *standart*), irradiância emitida de 700 mW/cm<sup>2</sup>, verificada semanalmente com o radiômetro L.E.D. Radiometer by Demetron (Kerr, WI, USA). Ao final da fotopolimerização, a superfície que se encontrava virada para o fundo do molde também foi fotoativada por 10 segundos. Uma superfície de cada bloco foi abrasionada com lixa de carbetto de silício #600 (Carborundum, Brasil), sob refrigeração constante. Os blocos foram armazenados em água destilada à 37 °C durante 30 dias, simulando a situação clínica de um núcleo de preenchimento em resina composta parcialmente exposto à umidade da cavidade oral quando as restaurações provisórias são cimentadas temporariamente até a cimentação definitiva.

Os blocos de compósito também foram incluídos em cilindros de PVC (1.5 cm diâmetro x 2 cm altura) preenchidos com resina acrílica quimicamente ativada incolor (Vipi Flash, Vipi, SP, Brasil).

Tabela 1- Material (lote) e composição química

Material (# lote)	Fabricante	Composição Química
G-CEM LinkAce (1906121)	GC Corp.; Tóquio, Japão	Pasta A: vidro de fluoro-alumino-silicato, UDMA, dimetacrilato, monômero de éster de ácido fosfórico, dióxido de silício, iniciador, inibidor.  Pasta B: Dióxido de silício, UDMA, dimetacrilato, iniciador, inibidor.

<b>Essentia LD (Light Dentin) (1706201)</b>	GC Corp.; Tóquio, Japão	Dimetacrilato de uretano (UDMA), Trifluoreto de itérbio, 2,2-dimetil-1,3-propanodiol bismetacrilato, 2-(2H-benzotriazol-2-il)-p-cresol.
---	----------------------------	---

### 3.1.3 Aplicação do plasma não térmico

As amostras foram submetidas ao tratamento com a fonte de plasma Atmospheric Pressure Plasma Jet (protótipo ainda não patenteado desenvolvido pelo Laboratório de Plasma e Filmes Finos, Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba, MG, Brasil) utilizado sob pressão atmosférica, sob sistema de descarga de barreira dielétrica. O sistema permitiu a geração de jatos de plasma com potencial de 24W, sendo a frequência do sinal aplicado na bobina de ignição de 10MHz e largura de pulso de 85% com corrente de 1.3A. O jato de plasma foi gerado utilizando gás He (99.99% puro; White Martins Co., Brasil) com vazão de 8 l/min controlada por fluxômetro manual ( $26 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

Seguindo os parâmetros utilizados em estudos prévios (Hirata *et al* 2015; Ayres *et al.*, 2018a; Ayres *et al.*, 2018b), o jato de plasma foi aplicado no modo varredura, por 30 segundos a uma distância de 1 cm da amostra, sendo a amostra manipulada manualmente sob o jato em uma mesa de porta lâminas de microscópio (Figura 1).

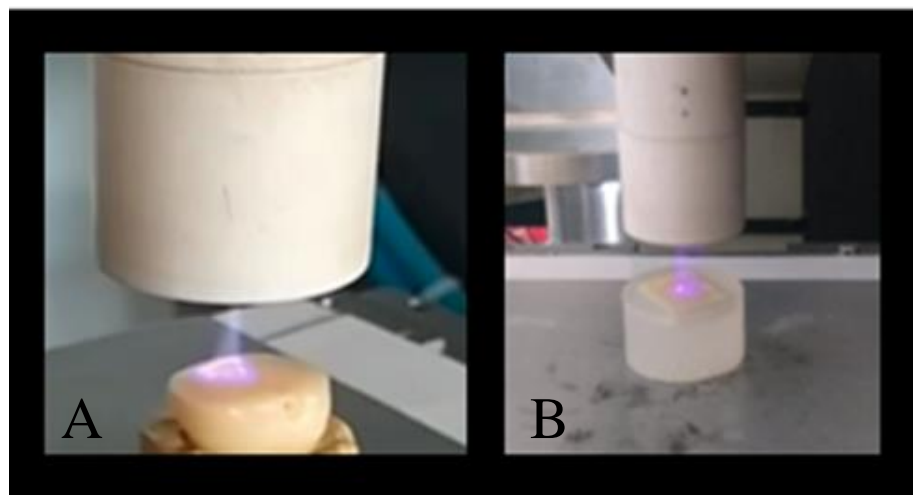


Figura 2. Aplicação de plasma em dentina (A) e em resina (B)

### 3.1.4 Cimentação adesiva

Moldes circulares de polivinilsiloxano (Futar, Ultradent, EUA) com 0.5 mm de espessura, foram confeccionados (Figuras 2, 3 e 4) em um dispositivo que possuía quatro cilindros metálicos com 0.9 mm de diâmetro. Imediatamente após a aplicação do plasma nos grupos experimentais, o cimento G-CEM LinkAce (Tabela 1) foi inserido com a ponta fina auto misturadora GC Automix (GC Corp.) do cimento nos quatro orifícios do molde, o qual foi posicionado sobre a superfície de dentina ou resina. Por se tratar de um cimento autoadesivo, a aplicação de um sistema adesivo não foi realizada.

A cimentação foi realizada por um único operador sob temperatura controlada ( $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ). Uma fita matriz de poliéster de 7 mm (JON, Jon Indústria E Comércio De Produtos Odontológicos LTDA, Brasil) foi posicionada na superfície do molde. Uma carga constante de 120 g foi aplicada sobre o conjunto, utilizando um dispositivo de carga adaptado (Figura 4), aguardando-se 4 minutos antes da fotoativação. Logo após a remoção da carga, as amostras foram fotoativadas por 20 segundos com o VALO (modo *standart*). O excesso de cimento foi removido cuidadosamente com espátula de resina nº 1/2 (Duflex, MG, Brasil). As amostras foram armazenadas em água destilada por 24 horas a  $37^\circ\text{C}$  até o teste de microcisalhamento.



Figura 3. Dispositivo/molde da matriz de silicone.



Figura 4. Molde removido do dispositivo após a polimerização do silicone.

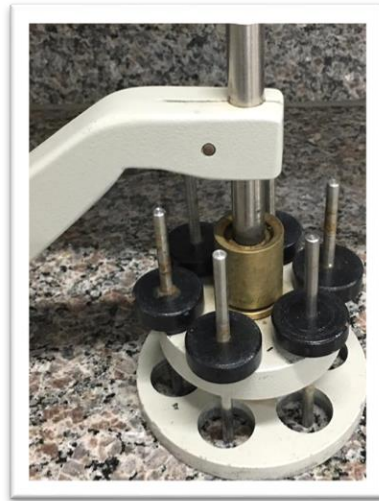


Figura 5. Dispositivo de carga personalizado

### 3.2 ENSAIO MECÂNICO DE MICROCISALHAMENTO

Decorrido o período de armazenamento de 24 horas, cada amostra foi acoplada ao dispositivo do equipamento, sendo dois cilindros resinosos de cada amostra testados na máquina de ensaios universal (EMIC DL 3000 - EMIC - Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda., SP, Brasil) até o descolamento dos mesmos. A tensão de microcisalhamento foi aplicada na base dos cilindros utilizando um fio de aço com 0.25 mm de diâmetro (Morelli, SP, Brasil) a uma velocidade de 0.5 mm/min até o rompimento da união (Figuras 5 e 6). Foi calculado o valor da média de 2 cilindros de cada amostra. Os outros dois corpos de prova de cada amostra foram armazenados em água destilada a  $37\pm 2^{\circ}\text{C}$  e serão testados após 1 ano.



Figura 6. Posicionamento da amostra para o teste de microcisalhamento. Vista lateral.



Figura 7: Posicionamento da amostra para o teste de microcisalhamento. Vista frontal.

### 3.2.1 Análise do padrão de fratura

Após o teste de microcisalhamento, as áreas de fratura foram observadas em magnificação de 30× utilizando microscópio óptico (Microscope 4421, Ken-A-Vision, EUA). Sendo então classificadas em falhas adesivas (na interface bloco–cimento), coesivas (no bloco ou no cimento) ou mistas (combinação de adesivas e coesivas).

### 3.3 PREPARO DAS AMOSTRAS PARA MEDIÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO

Doze terceiros molares humanos não cariosos (n=4), tiveram a raiz e o terço oclusal removidos por um disco diamantado (Buehler, São Paulo, SP, Brasil) acoplado a uma cortadora automática (Isomet 100) sob irrigação constante, resultando em fatias de 2mm com dentina exposta, as quais foram observadas em microscópio óptico (Microscope 4421, Ken-A-Vision, EUA) no aumento de 30x para certificar a ausência de tecido de esmalte. A *smear layer* foi padronizada através de lixa de carbetto de silício granulação #600, utilizando uma politriz (APL-4) sob irrigação constante. Doze blocos (12 x 10 x 1.5mm) de resina composta Essentia foram confeccionados (n=4). Cada amostra foi levemente abrasionada sob irrigação constante com lixa de carbetto de silício #600.

A aplicação do plasma em movimento de varredura foi aplicada por 15 segundos em apenas uma metade de cada amostra, enquanto uma lâmina plástica foi utilizada para cobrir e proteger a outra metade, que representou o grupo controle da mesma amostra, permanecendo sem tratamento até o teste. Esta divisão da amostra foi considerada importante principalmente para o substrato dentina, uma vez que o desvio padrão dos valores de permeabilidade deste tecido dentário pode ser alto, pois varia de acordo com a profundidade do corte, idade dental e com a densidade de túbulos da região (Tjaderhane *et al.*, 2012).

### 3.4 MEDIÇÃO DE HIDROFOBICIDADE PELO MÉTODO DA GOTA SÉSSIL

Os ângulos de contato dos grupos experimentais e controles foram medidos pelo método da gota séssil com auxílio de um goniômetro (Kruss Advance for Drop Shape Analyzers Versão 1.7, Hamburgo, Alemanha), que pode ser visualizado na Figura. 7. Três líquidos (1ml) com diferentes polaridades foram utilizados: água deionizada, formamida (Sigma-Aldrich, SP, Brasil) e  $\alpha$ -bromonaftaleno (Mettler Toledo, SP, Brasil) para o cálculo da energia de superfície. Cada metade da amostra recebeu a aplicação automatizada de 1 gota (Figura 8) de um dos

líquidos, sendo a imagem do ângulo de superfície registrada pelo software do equipamento durante 15 segundos.

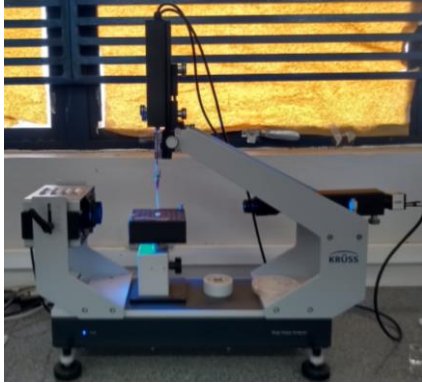


Figura 8. Aparelho goniômetro

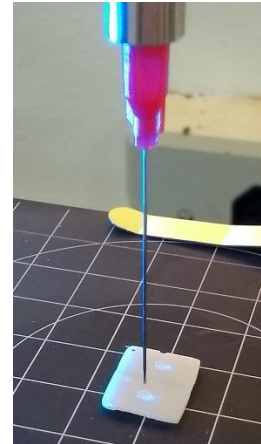


Figura 9. Gota de água deionizada sendo depositada na superfície da amostra de resina composta.

### 3.4.1 Determinação da energia livre de interação e da variação da energia livre de adesão

A teoria dos componentes de tensão interfacial foi utilizada para calcular a variação da interação hidrofóbica de energia (VAN OSS, 2006). Após a aproximação das equações envolvidas na teoria, a energia superficial ( $\gamma_s$ ) das superfícies resultou da combinação de três interações (Equação 1):

$$\gamma_s = \gamma_s^{LW} + (\gamma_s^+ \gamma_s^-)^{1/2}$$

Onde  $\gamma^{LW}$  representa o componente da interação Lifshitz-van der Waals,  $\gamma^+$  refere-se ao componente de interação de ácido de Lewis, e  $\gamma^-$  é o componente da interação ácido-base de Lewis. Ao aplicar uma gota de um líquido em equilíbrio com a superfície, os componentes  $\gamma_s^{LW}$ ,  $\gamma_s^+$  e  $\gamma_s^-$  foram calculados (Equação 2) utilizando as medidas do ângulo de contato.

$$\gamma_1^{ToT} (1 + \cos\theta) = 2\sqrt{\gamma_s^{LW} \gamma_1^{LW}} + 2\sqrt{\gamma_s^- \gamma_1^+} + 2\sqrt{\gamma_s^+ \gamma_1^-}$$

Onde  $\gamma_1^{ToT}$  é a tensão superficial do líquido usado para medição,  $\theta$  é o ângulo de contato medido, S e l indicam a superfície e o líquido, respectivamente.

Para determinar os componentes de energia livre da superfície  $\gamma_s^{LW}$  e os parâmetros de superfície  $\gamma_s^+$  e  $\gamma_s^-$ , os ângulos de contato de pelo menos três líquidos com componentes de tensão interfacial conhecidos foram medidos ( $\gamma_L^{LW}, \gamma_L^+, \gamma_L^-$ ).

O parâmetro calculado  $\Delta G^{TOT}$  expressa a variação da energia livre de atração interfacial entre as moléculas do material imerso em água, a qual é a medida mais adequada da hidrofobicidade e é considerada um critério quantitativo.

Segundo o princípio da termodinâmica, quando ( $\Delta G_{sas}^{TOT}$ ) é negativo, há uma atração coesiva entre as moléculas de uma superfície imersa em água e, quando positiva, há repulsão. Assim, com um material hidrofóbico, o ( $\Delta G_{sas}^{TOT}$ ) é negativo (Araujo *et al.*, 2013).

### 3.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A resistência de união por microcisalhamento foi calculada e expressa em MPa. Uma vez verificada que a distribuição dos dados fosse normal utilizando o teste Kolmogorov-Smirnov e homogênea, utilizando o teste de Levene, as médias obtidas dos dois cilindros testados em cada amostra seriam comparadas com o teste estatístico paramétrico de Análise de Variância (ANOVA) 1 fator. O software estatístico usado foi o SPSS, versão 17.1.

Os dados da análise da energia de interação e da variação da energia livre de adesão também foram submetidos ao teste ANOVA e de Tukey. O software estatístico usado foi o Statística 7. Para todos os testes estatísticos o nível de significância adotado foi 5% ( $p = 0.05$ ).

## 4 RESULTADOS

### 4.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO POR MICROCISALHAMENTO

Não houve diferença estatisticamente significante entre as médias dos grupos analisados, obtendo-se  $p = 0.574$  (Tabela 2).

Tabela 2. Média (desvio padrão) da resistência de união (em MPa) de um cimento resinoso autoadesivo à resina composta e à dentina com ou sem aplicação de plasma.

Substrato	24 horas
Resina (controle)	8.11 (2.35) <sup>a</sup>
Resina + Plasma	6.53 (2.30) <sup>a</sup>
Dentina (controle)	7.98 (3.59) <sup>a</sup>
Dentina + Plasma	6.03 (2.79) <sup>a</sup>

Letras minúsculas iguais representam similaridade estatística ( $p = 0.05$ ).

Após o teste de microcissalhamento, foi realizada a análise do padrão de fratura nas superfícies testadas (Tabela 3). Os grupos R e D+ PLA apresentaram 100% de falhas adesivas, enquanto os grupos R+PLA e D apresentaram 20% e 10% de falha coesiva, respectivamente. Falhas do tipo mista não foram observadas.

Tabela 3. Padrão de fratura (%)	
Grupo	Adesiva/Coesiva
R	10/0
R+PLA	8/2
D	9/1
D + PLA	10/0
<i>Abreviações: R: resina composta; PLA: plasma; D: dentina.</i>	

### 4.2 DETERMINAÇÃO DA ENERGIA LIVRE DE INTERAÇÃO E DA VARIAÇÃO DA ENERGIA LIVRE DE ADESÃO

A análise da variância indicou que houve diferença significativa entre os tratamentos estudados ( $p < 0,01$ ). A comparação entre as médias por meio do teste de Tukey mostrou que houve diferença significativa entre a superfície de dentina não tratada com plasma (controle)



em comparação com a dentina funcionalizada (D + PLA) obtendo-se  $p = 0.0493$  (Tabela 4). Dessa forma, a dentina tratada com plasma tornou-se mais hidrofílica ( $\Delta G_{sas} > 0$ ) do que a dentina controle. A dentina controle quando comparada à resina controle também apresentou diferença significativa ( $p = 0.0311$ ), o que indica que a dentina é naturalmente menos hidrofóbica do que o compósito em estudo. Por fim, a dentina controle comparada à resina funcionalizada com plasma (R + PLA) não apresentou diferença estatisticamente significante ( $p = 0.7985$ ). O grupo R + PLA permaneceu com característica superficial hidrofóbica ( $\Delta G_{sas} < 0$ ), porém apresentou a energia total de interação livre superior ao seu grupo controle ( $p = 0.0064$ ).

**Tabela 4.** Valores dos componentes apolares ( $\Delta G_{sas}^{LW}$ ) e componentes polares ( $\Delta G_{sas}^{AB}$ ) da energia total de interação livre ( $\Delta G_{sas}^{TOT}$ ).

Substrato	( $\Delta G_{sas}^{LW}$ )	( $\Delta G_{sas}^{AB}$ )	( $\Delta G_{sas}^{TOT}$ )
R (controle)	$5,45 \pm 2,52$	$-63,29 \pm 18,73$	$-68,74 \pm 20,56^b$
R + PLA	$-5,27 \pm 1,65$	$-3,056 \pm 28,12$	$-8,32 \pm 29,43^a$
D (controle)	$-6,94 \pm 0,51$	$-14,66 \pm 12,82$	$-21,60 \pm 13,1^b$
D + PLA	$7,70 \pm 0,11$	$29,39 \pm 15,21$	$21,69 \pm 15,15^a$

Letras minúsculas iguais representam similaridade estatística ( $p = 0.05$ ).

## 5 DISCUSSÃO

A aplicação de plasma atmosférico não térmico na superfície de dentina e de um compósito não produziu diferença na resistência de união ao cimento autoadesivo G-CEM LinkAce, no tempo de avaliação 24 horas pós-cimentação. Sendo assim, a primeira hipótese foi rejeitada. Entretanto, vale destacar que no grupo de resina que não recebeu aplicação de plasma (R) o índice de falhas pré-teste foi de 50% dos corpos de prova avaliados, fato que não foi observado no grupo experimental de resina (R + PLA). Isso indica que o tratamento de superfície pode ter produzido um efeito benéfico na adesão do compósito microhíbrido ao cimento, permitindo que todos os corpos de prova experimentais fossem testados. A resina composta é um compósito com características heterogêneas, formada por uma matriz orgânica (monômeros, iniciadores, modificadores de cor e outros), uma matriz inorgânica (partícula de carga) e um agente de união (Loguercio & Reis., 2013). As reações provocadas pelo plasma na superfície dos substratos resinosos podem induzir interações químicas entre os grupos de radicais livres depositados com componentes do cimento, resultando assim em uma melhora da adesão (Chen *et al.*, 2017).

Entretanto, nos grupos experimentais de dentina não foram registradas falhas pré-teste em substrato dentinário, com (D + PLA) ou sem (D) a aplicação de plasma. Este substrato é composto por 70% de matriz inorgânica, 20% de matriz orgânica, principalmente colágeno tipo 1 e 10% de água. Estruturados como dentina tubular e intertubular de forma homogênea, a fase mineral da dentina consiste principalmente de fosfato de cálcio na forma de cristais de hidroxiapatita (Ortiz *et al.*, 2018). A ausência dessas falhas espontâneas na adesão da dentina, reiteram as teorias de que cimentos autoadesivos idealmente devem ser aplicados em substratos que possuam átomos de Cálcio em sua superfície para interagirem com os monômeros hidrofílicos (Manso & Carvalho, 2017; Vrochari *et al.*, 2010). Isso explicaria o motivo de não terem sido encontrados descolamentos dos corpos de prova nos substratos dentinários antes do teste.

Ayres *et al.*, 2018<sup>a</sup> avaliaram em um estudo sobre reparo de uma restauração à base de resina composta, o efeito da aplicação de plasma na superfície de um compósito na resistência de união por cisalhamento, não encontrando melhora significativa. Apesar desse resultado ter corroborado com a efetividade de adesão relatada no presente artigo, é importante destacar que a interface de união não envolvia um cimento resinoso autoadesivo e que outra fonte geradora

de plasma e configurações foram utilizadas. Portanto, é possível que o presente estudo encontre resultados diferentes na avaliação após 1 ano de armazenamento.

A maioria dos estudos mais recentes a respeito da influência da aplicação do plasma na adesão a materiais resinosos utilizou a dentina como substrato, sendo que alguns não encontraram diferença estatisticamente significativa no tempo de avaliação imediato utilizando sistemas adesivos (Ayres *et al.*, 2018<sup>a</sup>), com exceções em estudos anteriores (Kim *et al.*, 2015; Dong *et al.*, 2015; Dong *et al.*, 2013; Han *et al.*, 2012) ou com resultados produto-dependentes (Hirata *et al.*, 2015; Lucas *et al.*, 2016). É importante enfatizar que o dispositivo gerador de plasma utilizado no presente estudo ainda não foi aplicado em amostras biológicas, apresentando diferenças nas suas configurações em relação aos outros artigos na área. Esses fatores dificultam uma comparação direta entre os estudos, mesmo porque ainda existem poucos artigos avaliando a aplicação de plasma na adesão a cimentos autoadesivos (Linkevicius *et al.*, 2019; Muana *et al.*, 2019).

Kim *et al.* 2019, avaliaram a aplicação de plasma por 60 s em *copings* de zircônia em relação à resistência de união por macrocisalhamento (2,38 altura x 3mm diâmetro) obtida com cimentos autoadesivos. O cimento G-CEM LinkAce mostrou maiores médias de resistência de união inicial que o RelyX U200 (3M ESPE, EUA), apresentando performance ainda melhor após a aplicação do plasma, com ou sem a aplicação de jateamento na superfície do *coping*. O plasma também mostrou aumento da energia de superfície deste substrato, Os autores atribuem o resultado encontrado à composição química do cimento em questão, a qual pode favorecer um maior número de ligações químicas com os elementos químicos reativos depositados na superfície da zircônia tratada com plasma. Os fabricantes em geral não fornecem informações precisas a respeito dos componentes dos cimentos resinosos, entretanto, alguns estudos especulam que o cimento G-CEM LinkAce possua em sua composição monômeros de éster fosfato especiais e que cimentos de natureza ionómerica apresentam melhores características de adesão. Estes fatores podem contribuir para um melhor desempenho clínico (Lee *et al.*, 2015; Amižić *et al.*, 2019; Linkevicius *et al.*, 2019; Kim *et al.*, 2019). Diferenças no tipo de substrato (zircônia), nas dimensões das amostras testadas, no maior tempo de aplicação de plasma e nas configurações do equipamento podem justificar o fato do presente estudo não ter encontrado diferenças nos resultados de resistência de união com aplicação de plasma 24h após a cimentação.

O presente estudo utilizou o ensaio de resistência de união por microcisalhamento para avaliar a resistência de união entre cimento/dentina e cimento/resina. O teste de

microcissalhamento apresenta como desvantagem um pré-tensionamento antes do teste durante a remoção do molde, o que pode levar à introdução de falhas na interface e diferentes concentrações de tensões (Van *et al.*, 1991; Armstrong *et al.*, 2010). O modo de fratura predominante no presente estudo foi adesiva, seguida de coesiva, sendo que resultados semelhantes para o G-CEM LinkAce foram relatados por Amižić *et al.* (2019). Já em Kim *et al.*, (2019), o padrão de fratura do tipo mista foi considerado predominante. Os estudos de Qeblawi *et al.* (2015) e Ahn *et al.* (2020) sugerem que, no teste de resistência ao cisalhamento, a distribuição de tensões na área de união e as diferenças nas propriedades elásticas dos materiais possam acarretar em mudanças significativas nos padrões de fratura.

Em relação à molhabilidade superficial, a hipótese proposta foi aceita, pois a funcionalização das superfícies com o plasma tornou-as com característica menos hidrofóbica e mais hidrofílica do que os respectivos grupos controles, o que corrobora com resultados dos estudos de Kim *et al.*, 2019 e Ahn *et al.*, 2020. No presente estudo, apesar do tratamento não ter conseguido converter a superfície do compósito para uma característica predominantemente hidrofílica, diminuiu-se 90% da hidrofobicidade do mesmo. Esse efeito também pode fazer parte da explicação do menor número de falhas pré-teste quando o PLA foi aplicado no compósito previamente à cimentação, pois pode ter favorecido o molhamento do cimento nessa superfície. Em dentina, esse efeito foi ainda mais forte (Tabela 4), pois transformou a característica intrínseca inicial de hidrofobicidade ( $\Delta G^{TOT} < 0$ ) em uma superfície com característica hidrofílica ( $\Delta G^{TOT} > 0$ ). Este resultado corrobora com os achados do estudo recente de Kim *et al.*, (2019), o qual mediu o ângulo de contato da superfície de zircônia, utilizando água e diiodometano, encontrando maiores resultados de energia de superfície após a aplicação de plasma. Essas mudanças podem ter sido causadas devido à presença de moléculas reativas polares depositadas na superfície, sendo responsáveis pelo aumento na hidrofiliidade. Alguns estudos ainda sugerem que o tratamento com PLA promova a geração de forças secundárias intermoleculares, como as ligações de *van der Waals* entre substrato e cimento (Kim *et al.*, 2019; Ahn *et al.*, 2020). A presença dessas espécies reativas se deve à descarga elétrica de átomos, como o oxigênio, que é de um grupo hidrofílico e que foi transferido para uma interface (Liu, *et al.*, 2018; Li *et al.*, 2019; Stasic *et al.*, 2018).

Os resultados de ângulo de contato formado na superfície de dentina após a aplicação de plasma corroboram com a literatura pertinente (Lai *et al.*, 2006; Ayres *et al.*, 2018b; Stasic *et al.*, 2018). Porém, os estudos anteriores avaliaram a influência do plasma aplicado em dentina no ângulo de contato formado apenas com água destilada, sendo que a presente investigação

realizou uma análise mais complexa para avaliar as alterações na energia de superfície, avaliando a interação com líquidos de diferentes hidrofílicidades e também a influência da aplicação de plasma na energia de superfície de um compósito microhíbrido. Em relação ao observado com o compósito, Meng *et al.*, (2016) relataram que a superfície de uma borracha (polímero) a base de fluorossilicone de característica natural hidrófoba transformou-se em hidrofílica após tratamento com plasma não térmico. Um fenômeno semelhante ocorreu no presente estudo, embora o  $\Delta G^{TOT}$  do polímero avaliado tenha permanecido com valor negativo.

Espécies reativas são depositadas na superfície tratada com plasma e este estado altamente ionizado induz à busca de neutralização, através de formação de novas ligações químicas. Essa superfície altamente energizada quando em contato com o cimento resinoso pode desencadear reações químicas, tanto entre a superfície do substrato e o cimento, quanto entre os próprios componentes do material resinoso. Quando a micro-atmosfera formada pelo plasma atinge uma superfície, as espécies reativas quebram as uniões químicas estáveis, formando grupos polares e aumentando a reatividade dessa superfície por abrir novos sítios químicos que podem formar novas ligações químicas, o que acredita-se que pode favorecer a longevidade da cimentação adesiva (Rangel *et al.*, 2004; Wolf *et al.*, 2010; Rhee *et al.*, 2012; Murakami *et al.*, 2012).

Especula-se que a modificação superficial induzida pelo plasma possa promover maior quebra das cadeias duplas de carbono dos monômeros que compõem um cimento resinoso, aumentando o grau de conversão. Um possível efeito complementar dessa composição seria a formação de ligações químicas com os monômeros funcionais dos cimentos autoadesivos, aumentando assim o pH da linha de cimentação, o que seria especialmente interessante quando o substrato não possui Cálcio disponível. Se as espécies reativas geradas pelo plasma se unirem quimicamente a esses monômeros hidrofílicos, haveriam menos monômeros acídicos residuais nesta interface, aumentando o pH inicial desse cimento, o que também criaria um ambiente mais favorável para o aumento do grau de conversão. Além disso, Muana *et al.*, 2019 constataram que o grau de conversão de conversão do G-CEM LinkAce quimicamente ativado sofreu influência significativa de acordo com o tratamento de superfície utilizado em dentes bovinos. O que confirma a importância do tratamento de superfície aplicado no substrato, especialmente ao se utilizar cimentos autoadesivos.

Um tempo de acompanhamento maior dos efeitos do plasma sobre diferentes superfícies de interesse odontológico é necessário, assim como estudos de citotoxicidade para avaliação da aplicabilidade clínica de tal tecnologia. O presente estudo concluiu que o plasma utilizado não

afetou a resistência de união imediata de um cimento autoadesivo à dentina e a um compósito microhíbrido, embora tenha produzido alterações nas características superficiais de hidrofobicidade e na energia de superfície dos dois substratos avaliados.

## 6 CONCLUSÃO

Em conclusão, os resultados do presente estudo demonstraram que:

- A aplicação do plasma por 30 segundos em dentina e em resina composta não afetou a resistência de união por microcislamento do cimento autoadesivo G-CEM LinkAce na avaliação de 24 horas, sendo a maioria das falhas consideradas adesivas;
- As características de hidrofiliabilidade de superfície da resina composta e da dentina foram modificadas após a aplicação do plasma, aumentando a quantidade de componentes polares nessas superfícies e a energia de superfície de ambos os substratos.

## REFERÊNCIAS

AHN, J. J. et al. Effect of non-thermal atmospheric pressure plasma (NTP) and zirconia primer treatment on shear bond strength between Y-TZP and resin cement. **Materials**, [S.l] v. 13, n. 18, p. 3934, Sep. 2020.

AMIŽIĆ, I. P. et al. Bond strength of individually formed and prefabricated fiber-reinforced composite posts. **The Journal of Adhesive Dentistry**, [S.l], v. 21, n. 6, p. 557-65, Nov. 2019.

ARMSTRONG, S. et al. Adhesion to tooth structure: a critical review of “micro” bond strength test methods. **Dental Materials**, [S.l], v. 26, n. 2, p. 50-62, Feb. 2010.

AYRES, A. P. et al. Effect of non-thermal atmospheric plasma on the dentin-surface topography and composition and on the bond strength of a universal adhesive. **European Journal of Oral sciences**, [S.l], v. 126, n. 1, p. 53-65, Feb. 2018<sup>a</sup>.

AYRES, A. P. et al. Benefits of nonthermal atmospheric plasma treatment on dentin adhesion. **Operative Dentistry**, [S.l], v. 43, n. 6, p. 288-299, Dec. 2018<sup>b</sup>.

ARAÚJO, E. A. et al. Modification of stainless steel surface hydrophobicity by silver nanoparticles: strategies to prevent bacterial adhesion in the food processing. **Revista de Ciência e Tecnologia de Adesão**. [S.l], v. 27, n. 24, pág. 2686-2695, Mar. 2013.

CHEN, M. et al. Effect of a non-thermal, atmospheric-pressure, plasma brush on conversion of model self-etch adhesive formulations compared to conventional photo-polymerization. **Dental Materials**, [S.l], v. 28, n. 12, p. 1232-1239, Dec. 2012.

DONG, X. et al. Prognostic value of plasma neuroendocrine biomarkers in patients with acute ischaemic stroke. **Journal of Neuroendocrinology**, [S.l], v. 25, n. 9, p. 771-778, Sep. 2013.

DONG, X. et al. Highly sensitive droplet digital PCR method for detection of EGFR-activating mutations in plasma cell-free DNA from patients with advanced non-small cell lung cancer. **The Journal of Molecular Diagnostics**, [S.l], v. 17, n. 3, p. 265-272, May. 2015.



FERRACANE, J. L; STANSBURY, J. W; BURKE, F. J. T. Self-adhesive resin cements—chemistry, properties and clinical considerations. **Journal of Oral Rehabilitation**, England, v. 38, n. 4, p. 295-314, Dec. 2010.

FRIDMAN, A; CHIROKOV, A; GUTSOL, A. Non-thermal atmospheric pressure discharges. **Journal of Physics D: Applied Physics**, [S.1], v. 38, n. 2, p. 1- 24, Jan. 2005.

GERTH, H. U. V. et al. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and bifix composites—a comparative study. **Dental Materials**, [S.1], v. 22, n. 10, p. 934-941, Oct. 2006.

HAN, G. J. et al. Improved resin-to-dentin bond strength and durability via non-thermal atmospheric pressure plasma drying of etched dentin. **European Journal of Oral Sciences**, [S.1] v. 127, n. 2, p. 170-178, Dec. 2019.

HIRATA, R. et al. Long-term adhesion study of self-etching systems to plasma-treated dentin. **Journal of Adhesive Dentistry**, [S.1], Jun. 2015.

HOFFMANN, C.; BERGANZA, C.; ZHANG, J. Cold atmospheric plasma: methods of production and application in dentistry and oncology. **Medical Gas Research**, [S.1], v. 3, n. 1, p. 21, Oct. 2013.

KIM, Y. K. et al. Influence of different drying methods on microtensile bond strength of self-adhesive resin cements to dentin. **Acta Odontologica Scandinavica**, [S.1], v. 72, n. 8, p. 954-962, Nov. 2014.

KIM, D. S. et al. Influence of non-thermal atmospheric pressure plasma treatment on shear bond strength between Y-TZP and self-adhesive resin cement. **Materials**, [S.1], v. 12, n. 20, p. 3321, Oct. 2019.

LAI, J. et al. Study on hydrophilicity of polymer surfaces improved by plasma treatment. **Applied Surface Science**, [S.1], v. 252, n. 10, pág. 3375-3379, Mar. 2006.

LEE, S. E. et al. Comparative shear-bond strength of six dental self-adhesive resin cements to zirconia. **Materials**, [S1] v. 8, n. 6, p. 3306-3315, Jun. 2015.

LEE, H. W. et al. Atmospheric pressure plasma jet composed of three electrodes: application to tooth bleaching. **Plasma Processes and Polymers**, [S.1], v. 7, n. 3-4, p. 274-280, Mar. 2010.

LEE, H. W. et al. Tooth bleaching with nonthermal atmospheric pressure plasma. **Journal of Endodontics**, [S.1], v. 35, n. 4, p. 587-591, Apr. 2009.

Li, O. L. et al. Effect of hydrophilic/hydrophobic properties of carbon materials on plasma-sulfonation process and their catalytic activities in cellulose conversion. **Catalysis Today**, [S.1], v. 337, p. 155-161, Oct. 2019.

LINKEVICIUS, T. et al. Retention of zirconia copings over smooth and airborne-particle-abraded titanium bases with different resin cements. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, [S1] v. 121, n. 6, p. 949-954, Jun. 2019.

LIU, D. et al. Bacterial-killing effect of atmospheric pressure non-equilibrium plasma jet and oral mucosa response. **Journal of Huazhong University of Science and Technology [Medical Sciences]**, [S.1], v. 31, n. 6, p. 852-856, Dec. 2011.

LIU, K. et al. The hydrophilicity improvement of polytetrafluoroethylene by Ar plasma jet: The relationship of hydrophilicity, ambient humidity and plasma parameters. **Applied Surface Science**, [S.1], v. 458, p. 183-190, Nov. 2018.

LIU, Y. et al. Nonthermal atmospheric plasmas in dental restoration. **Journal of Dental Research**, [S.1], v. 95, n. 5, p. 496-505, May. 2016.

LOGUERCIO, A. D.; REIS, A. *Materiais Dentários Diretos dos fundamentos à aplicação clínica*. 2013.

LOPES, B. B. et al. The effect of atmospheric plasma treatment of dental zirconia ceramics on the contact angle of water. **Applied Adhesion Science**, [S.1], v. 2, n. 1, p. 17, May. 2014.

LUCAS, S. et al. Short-and long-term evaluation of dentin-resin interfaces formed by etch-and-rinse adhesives on plasma-treated dentin. **Journal of Adhesive Dentistry**, [S.1], Mar. 2016.

MADRUGA, F. C. et al. Calcium hydroxide, pH-neutralization and formulation of model self-adhesive resin cements. **Dental Materials**, [S.1], v. 29, n. 4, p. 413-418, Apr. 2013.

MANSO, A. P. et al. Cements and adhesives for all-ceramic restorations. **Dental Clinics**, [S.1], v. 55, n. 2, p. 311-332, Apr. 2011.

MANSO, A. P.; CARVALHO, RM. Dental cements for luting and bonding restorations: self-adhesive resin cements. **Dental Clinics**, [S.1], v. 61, n. 4, p. 821-834, Oct. 2017.

MENDONÇA, L. M. de et al. Influence of the composition and shades of ceramics on light transmission and degree of conversion of dual-cured resin cements. **Journal of Applied Oral Science**, [S.1], v. 27, Jul. 2019.

MENG, J. Y. et al. Effect of cold atmospheric plasma treatment on hydrophilic properties of fluorosilicone rubber. **Surface and Interface Analysis**, [S.1], v. 48, n. 13, p. 1429-1435, Jun 2016.

MUANA, H. L. et al. Effect of the dentin chelating agents phytyc acid and edta on degree of conversion, microhardness, and bond strength of chemical-curing self-adhesive cements. **The Journal of Adhesive Dentistry**, [S.1] v. 21, n. 4, p. 299-306, Mar. 2019.

MURAKAMI, T. et al. Chemical kinetics and reactive species in atmospheric pressure helium–oxygen plasmas with humid-air impurities. **Plasma Sources Science and Technology**, [S.1], v. 22, n. 1, p. 015003, Dec. 2012.

OBICI, A. C. et al. Monomer conversion at different dental composite depths using six light-curing methods. **Polymer Testing**, [S.1], v. 25, n. 3, p. 282-288, May. 2006.

ORTIZ-R, A. J. et al. Structural differences in enamel and dentin in human, bovine, porcine, and ovine teeth. **Annals of Anatomy-Anatomischer Anzeiger**, [S.1] v. 218, p. 7-17, Jul. 2018.

QEBLAWI, D. M.; CAMPILLO-FUNOLLET, M.; MUÑOZ, C. A. In vitro shear bond strength of two self-adhesive resin cements to zirconia. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, [S.1] v. 113, n. 2, p. 122-127, Feb. 2015.

RANGEL, E. C; GADIOLI, G. Z; CRUZ, N. C. Investigations on the stability of plasma modified silicone surfaces. **Plasmas and Polymers**, [S.1], v. 9, n. 1, p. 35-48, Mar. 2004.

RHEE, K.Y. et al. Effect of oxygen plasma-treated carbon fibers on the tribological behavior of oil-absorbed carbon/epoxy woven composites. **Composites Part B: Engineering**, [S.1], v. 43, n. 5, p. 2395-2399, Jul. 2012.

RIBEIRO, B.C.I. et al. Degree of conversion of nanofilled and microhybrid composite resins photo-activated by different generations of LEDs. **Journal of Applied Oral Science**, [S1] v. 20, n. 2, p. 212-217, Mar-Apr. 2012.

ROEDEL, L. et al. Self-adhesive resin cements: pH-neutralization, hydrophilicity, and hygroscopic expansion stress. **Clinical Oral Investigations**, [S1], v. 21, n. 5, p. 1735-1741, Sep. 2016.

SARTORI, N. et al. Effects of light attenuation through dental tissues on cure depth of composite resins. **Acta Stomatologica Croatica**, [S1], v. 53, n. 2, p. 95-105, Jun. 2019.

STASIC, J. N. et al. Effects of non-thermal atmospheric plasma treatment on dentin wetting and surface free energy for application of universal adhesives. **Clinical Oral Investigations**, [S1], v. 23, n. 3, p. 1383-1396, Jul. 2018.

SUN, F. et al. Cytotoxicity of self-adhesive resin cements on human periodontal ligament fibroblasts. **BioMed Research International**, [S1], v. 2018, Nov. 2018.

TJÄDERHANE, L. et al. Dentin basic structure and composition—an overview. **Endodontic Topics**, [S1], v. 20, n. 1, p. 3-29, Jul. 2012.

VAN OSS, C. J. **Interfacial Forces in Aqueous Media**, [S1] CRC press, ed. 2, p. 227-231, 2006.

VROCHARI, A. D. et al. Water sorption and solubility of four self-etching, self-adhesive resin luting agents. **Journal of Adhesive Dentistry**, [S1], v. 12, n. 1, Oct. 2010.

WOLF, R. et al. Role of plasma surface treatments on wetting and adhesion. **Engineering**, [S1], v. 2, n. 06, p. 397, Feb. 2010.

ZHANG, Y; YU, Q; WANG, Y. Non-thermal atmospheric plasmas in dental restoration: Improved resin adhesive penetration. **Journal of Dentistry**, [S1], v. 42, n. 8, pág. 1033-1042, Aug. 2014

**ANEXO A – CERTIFICADO DE APRESENTAÇÃO PARA Apreciação Ética****- DADOS DA VERSÃO DO PROJETO DE PESQUISA**

**Título da Pesquisa:** INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE PLASMA ATMOSFÉRICO EM DENTINA E EM RESINA COMPOSTA NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM CIMENTO AUTOADESIVO

**Pesquisador Responsável:** Ana Paula Ayres Oliveira

**Área Temática:**

**Versão:** 2

**CAAE:** 34854720.4.0000.5145

**Submetido em:** 05/08/2020

**Instituição Proponente:** Sociedade Educacional Uberabense

**Situação da Versão do Projeto:** Aprovado

**Localização atual da Versão do Projeto:** Pesquisador Responsável

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

