

**UNIVERSIDADE DE UBERABA**  
**CURSO DE GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

MICAELLA DE SOUZA FARIA SILVA  
PAULO RICARDO SALIM CALIL TOMAZ

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

UBERABA-MG

2021

MICAELLA DE SOUZA FARIA SILVA  
PAULO RICARDO SALIM CALIL TOMAZ

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

Trabalho de Conclusão de Curso,  
apresentado ao curso de Graduação em  
Odontologia da Universidade de Uberaba,  
como requisito parcial para obtenção do  
título de Cirurgião-Dentista.

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

UBERABA-MG  
2021

MICAELLA DE SOUZA FARIA SILVA  
PAULO RICARDO SALIM CALIL TOMAZ

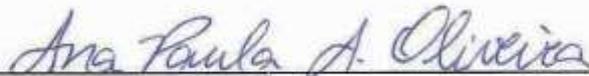
**INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE PLASMA ATMOSFÉRICO EM DENTINA E  
EM RESINA COMPOSTA NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM CIMENTO  
AUTOADESIVO**

Trabalho de Conclusão de Curso, apresentado ao curso de Graduação em Odontologia da Universidade de Uberaba, como requisito parcial para obtenção do título de Cirurgião-Dentista.

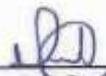
Área de concentração: Dentística restauradora.

Aprovado em: 03/12/2021

**BANCA EXAMINADORA**



Prof<sup>a</sup>. Ana Paula Ayres Oliveira



Prof<sup>a</sup>. Denise Tornavoi de Castro

## RESUMO

Os cimentos resinosos autoadesivos apresentam propriedades físicas interessantes para a cimentação adesiva na Odontologia. Todavia, o desempenho dessa linha de materiais depende das características do substrato que receberá a restauração indireta cimentada. Nesse sentido, a aplicação de plasma não térmico (PLA) tem mostrado potencial benéfico na adesão em diferentes tipos de superfícies odontológicas. O objetivo desse estudo foi avaliar a influência da aplicação do PLA na resistência de união imediata de um cimento autoadesivo à dentina (D) e a um compósito microhíbrido (R), tratados ou não com PLA. Para isso 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 aplicação de PLA. Quatro cilindros de cimento resinoso (G-CEM LinkAce, GC) foram confeccionados utilizando moldes de silicone (orifício: 1,2 mm altura x 0,9 mm diâmetro) posicionados nos substratos. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas e dois cilindros de cada amostra foram testados até a fratura em ensaio de resistência de união (RU) por microcissalhamento. A área de fratura foi observada em microscopia óptica para análise do padrão de falha. O teste estatístico ANOVA (1 fator) foi aplicado para comparar as médias de RU. Não houveram diferenças estatisticamente significantes entre as médias de RU imediatas ( $p = 0,574$ ), com ou sem aplicação de PLA. Falhas adesivas foram dominantes para todos os grupos. A aplicação de plasma não mostrou influência na resistência de união adesiva e no padrão de fratura do cimento G-CEM LinkAce à dentina e a um compósito após 24h. Portanto, aparentemente este tratamento não parece apresentar nenhum benefício adicional no tempo de avaliação imediato.

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

## ABSTRACT

Self-adhesive resin cements have interesting physical properties for adhesive cementation in Dentistry. However, the performance of this line of materials is strongly depends on the characteristics of the substrate that will receive the luted indirect restoration. The application of non-thermal plasma (PLA) has shown beneficial potential for adhesion to 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 (D) and a microhybrid resin composite (R), treated or not with PLA. Materials and Methods: Ten human molars were sectioned to expose the dentin middle portion and ten composite blocks (Essentia, GC) were built (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 application. Four resin cement cylinders (G-CEM LinkAce, GC) were built using silicone molds (hole: 1.2mm height x 0.9mm diameter) positioned on the substrates. They were stored in distilled water at 37 °C for 24 hours and two cylinders from each sample were tested until failure in a microshear bond strength (MSBS) test. The fracture area was observed under optical microscopy to analyze the failure pattern. ANOVA-1 way was used to compare MSBS means. There were no statistically significant differences between the immediate MSBS means ( $p = 0.574$ ), with or without PLA application. Adhesive failures were dominant for all groups. The plasma application has not influenced the MSBS and did not affect the failure pattern of G-CEM LinkAce cement to dentin and to a composite after 24h. Therefore, apparently this treatment does not appear to have any additional benefit at the immediate evaluation time.

**Keywords:** Dentin, Composite Resins, Dental Cements, Plasma Gases.

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Material (lote) e composição química .....	15
<b>Tabela 2.</b> Média (desvio padrão) da resistência de união (MPa) de um cimento resinoso autoadesivo ao compósito e à dentina com ou sem aplicação de plasma.....	20
<b>Tabela 3.</b> Padrão de fratura (%) .....	20

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1:</b> Fluxograma de divisão dos grupos de estudo .....	14
<b>Figura 2:</b> Aplicação de PLA em dentina e aplicação de PLA em resina .....	16
<b>Figura 3:</b> Dispositivo/molde da matriz de silicone .....	17
<b>Figura 4:</b> Matriz removida do molde após polimerização do silicone por adição .....	17
<b>Figura 5:</b> Dispositivo de carga personalizado .....	18
<b>Figura 6:</b> Posicionamento da amostra em máquina EMIC DL 3000 para teste de microcisalhamento. Vista lateral .....	18
<b>Figura 7:</b> Posicionamento da amostra em máquina EMIC DL 3000 para teste de microcisalhamento. Vista frontal .....	18

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

ANOVA - Análise de variância.

°C – Grau Celsius.

mm – Milímetro.

n – Número amostral.

N - Newton.

PVC – Policloreto de polivinila.

µm – Micrometro.

MPa - Megapascal.

UDMA - Uretano dimetracrilato.

PLA - Plasma não térmico.

s - Segundos.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>9</b>
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	<b>13</b>
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>14</b>
3.1. Preparo das amostras para o teste de microcisalhamento .....	14
3.1.1. Preparo das amostras de dentina .....	14
3.1.2. Preparo das amostras de resina composta .....	15
3.1.3. Aplicação do plasma não térmico .....	16
3.1.4. Cimentação adesiva .....	17
3.2. Ensaio mecânico de microcisalhamento .....	18
3.2.1. Análise do padrão de fratura .....	19
3.3. Análise Estatística .....	19
<b>4. RESULTADOS</b> .....	<b>20</b>
<b>5. DISCUSSÃO</b> .....	<b>21</b>
<b>6. CONCLUSÃO</b> .....	<b>25</b>
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>26</b>
<b>ANEXOS</b> .....	<b>30</b>

## 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, foto ativados ou de dupla ativação, também conhecidos como cimentos *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 (Supernpun *et al.*, 2021). 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 a uma fotopolimerização insuficiente dos cimentos resinosos, os fabricantes de produtos odontológicos desenvolveram os cimentos autoadesivos. Estes materiais possuem componentes 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 (Han *et al.*, 2019; Merlo *et al.*, 2020).

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 (Manso & Carvalho, 2017). Entretanto, para que o pH do cimento seja gradualmente elevado, os monômeros funcionais precisam se ligar ao elemento químico Cálcio, presente, por exemplo, nos cristais de hidroxiapatita encontrados em esmalte e dentina (Madruga, *et al.*, 2013; Wiedenmann *et al.*, 2021). 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 (Kirsten *et al.*, 2018).

Infelizmente, o cenário mais comum que leva à necessidade de uma restauração indireta envolve a ocorrência de grandes perdas de estrutura dentária, as quais 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 do preparo dental fica disponível para favorecer ligações químicas com Cálcio, o que seria desejável para neutralizar os 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 (Petropoulou *et al.*, 2015; 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 têm sido 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 (Chu *et al.*, 2002) - O plasma é considerado o quarto estado da matéria e está presente em abundância no universo. A tecnologia do plasma inicialmente foi desenvolvida em equipamentos à vácuo e frequentemente requeria 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 (Chu *et al.*, 2002). Este avanço tecnológico passou a permitir o seu uso em aplicações biomédicas, envolvendo células vivas (Fridman, *et al.*, 2005; Park *et al.*, 2011; Kim *et al.*, 2019).

Vários gases diferentes podem ser utilizados para produzir plasma atmosférico, tais como hélio, argônio e nitrogênio, 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 hidrofiliabilidade 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 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 (Liu *et al.*, 2011). Por isso dentes, gengiva, mucosa e pele aparentemente podem receber PLA em suas superfícies (Han *et al.*, 2019). A hipótese mais provável para o seu modo de ação 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 polímeros, devido às espécies reativas

depositadas nessas superfícies (Lai *et al.*, 2006; Zhang, Yu, & Wang., 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 visa investigar os impactos da aplicação de PLA na resistência de união de um cimento autoadesivo à dentina e a uma resina composta microhíbrida. As hipóteses nulas avaliadas foram que a aplicação de plasma em substrato de dentina e de compósito: I) não produziu influência na resistência de união a um cimento autoadesivo; II) não promoveu diferença no padrão de fratura.

## **2. OBJETIVOS**

Esse trabalho teve como objetivo avaliar o efeito da aplicação de plasma na superfície de dentina e de um compósito microhíbrido na resistência de união do cimento autoadesivo G-CEM LinkAce e no padrão de fratura.

### 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 (R+PLA); dentina sem tratamento (D); aplicação de PLA na dentina (D+ PLA).

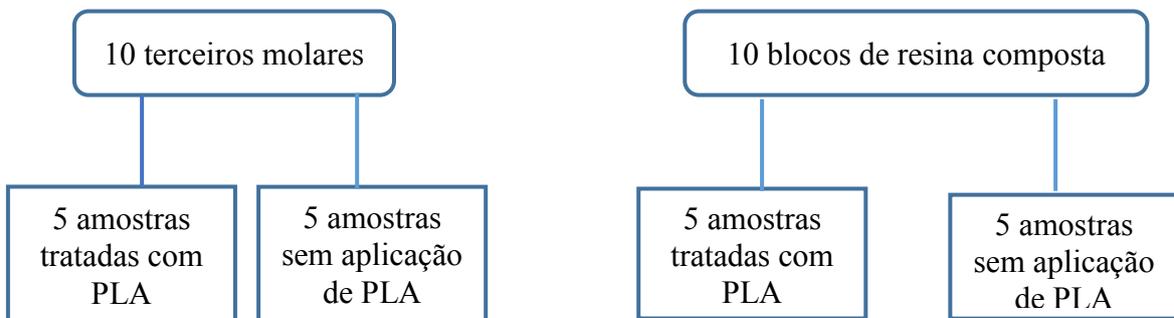


Figura 1: Fluxograma de divisão dos grupos de estudo.

#### 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 carbo 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	<p>Pasta A: vidro de fluoro-alumino-silicato, UDMA, dimetacrilato, monômero de éster de ácido fosfórico, dióxido de silício, iniciador, inibidor.</p> <p>Pasta B: Dióxido de silício, UDMA, dimetacrilato, iniciador, inibidor.</p>

Essentia LD (Light Dentin) (1706201)	GC Corp.; Tóquio, Japão	Dimetacrilato de uretano (UDMA), Trifluoreto de itérbio, 2,2-dimetil-1,3-propanodiil 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).

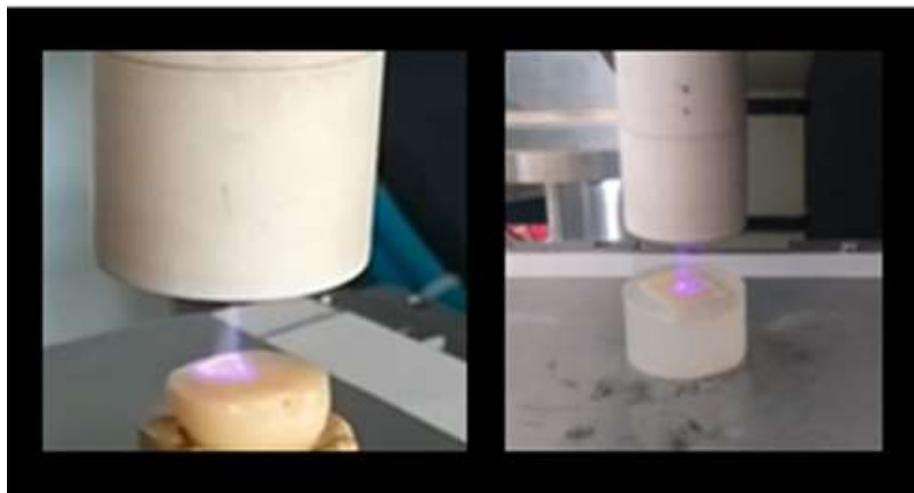


Figura 2. Aplicação de plasma em dentina e em resina.

#### 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.

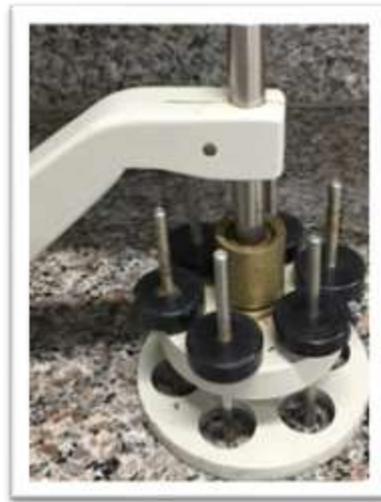


Figura 5. Dispositivo de carga personalizado.

### 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 Ensaios Ltda., SP, Brasil) até o descolamento dos mesmos. A tensão de microcislamento 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 microcislamento. Vista lateral.

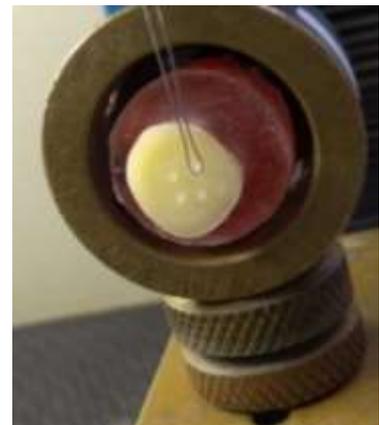


Figura 7: Posicionamento da amostra para o teste de microcislamento. Vista frontal.

### 3.2.1) Análise do padrão de fratura:

Após o teste de microcislamento, as áreas de fratura foram observadas em magnificação de  $30\times$  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) Análise Estatística:

A resistência de união por microcislamento foi calculada e expressa em MPa. A distribuição dos dados foi considerada normal quando analisada pelo teste Kolmogorov-Smirnov; e homogênea, utilizando o teste de Levene. As médias obtidas dos dois cilindros testados em cada amostra foram comparadas através do teste estatístico paramétrico de Análise de Variância (ANOVA) 1 fator (tratamento). O software estatístico usado foi o SPSS, versão 17.1.

#### 4. RESULTADOS

Não houve diferença estatisticamente significativa 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.

<b>Substrato</b>	<b>24 horas</b>
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 microcislamento, 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 (%)		
<b>Tratamento</b>		
<b>Adesiva/Coesiva</b>		
Resina (Controle)		10/0
Resina + Plasma		8/2
Dentina		(Controle)
9/1		
Dentina	+	Plasma
10/0		

## 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. 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 macrocislamento (2,38 mm altura x 3 mm 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 ionomérica 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 microcislamento para avaliar a resistência de união entre cimento/dentina e cimento/resina. O teste de microcislamento 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 do tipo 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 mudanças significativas nos padrões de fratura.

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, haveria 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 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.

## **6. 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 microcislhamento do cimento autoadesivo G-CEM LinkAce na avaliação de 24 horas, sendo a maioria das falhas consideradas adesivas.

## 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**, [S1] 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.I], 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.1], 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.1], 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.1], v. 43, n. 6, p. 288-299, Dec. 2018<sup>b</sup>.

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.1], 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.1], 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.1], v. 17, n. 3, p. 265-272, May. 2015.

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.

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.

LEE, S. E. et al. Comparative shear-bond strength of six dental self-adhesive resin cements to zirconia. **Materials**, [S.1] 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.

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**, [S.1] 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, 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.

MUANA, H. L. et al. Effect of the dentin chelating agents phytic 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.

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.

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.

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.

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

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.

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 APRECIÇÃO 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

