



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

DÉBORA CRISTINA BARBOSA DANTAS

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DO SUBSTRATO COM
PLASMA NÃO TÉRMICO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO
EM CIMENTAÇÃO ADESIVA**

2018

DÉBORA CRISTINA BARBOSA DANTAS

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DO SUBSTRATO COM PLASMA
NÃO TÉRMICO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO EM CIMENTAÇÃO
ADESIVA**

Tese apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA.

Área: Dentística. Linha de pesquisa: Avaliação Clínica e Laboratorial de alterações da Estrutura Dental, de Materiais e de Técnicas de Prevenção e Tratamento em Dentística.

Orientadora: Profa. Dra. Maria Filomena Rocha Lima Huhtala

São José dos Campos

2018

BANCA EXAMINADORA

Profa. Assistente Doutora Maria Filomena Rocha Lima Huhtala (Orientadora)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Associado César Rogério Pucci

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Titular Sérgio Eduardo de Paiva Gonçalves

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Associado Marcelo Giannini

Universidade de Campinas (Unicamp)

Faculdade de Odontologia de Piracicaba

Campus de Piracicaba

Profa. Doutora Priscila Christiane Suzy Liporoni

Universidade de Taubaté (Unitau)

Faculdade de Odontologia

Campus de Taubaté

São José dos Campos, 12 de dezembro de 2018.

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, Luiz Antônio e Diva, não cabem em palavras a gratidão que sinto por todo apoio e encorajamento que recebo todos os dias de vocês. Obrigada por toda a paciência que desenvolveram durante esses anos de estudo e o processo de obtenção desse título, vocês foram minha base em momentos difíceis e os expectadores mais festivos em momentos de alegrias. Por todo amor e carinho que sempre tiveram, pela educação, conselhos e os princípios, vocês me encorajam a fazer a diferença. Obrigada por sonharem juntos todos os meus projetos e tornarem cada um deles possíveis.

AGRADECIMENTOS

À Profa. Assistente Dra. Maria Filomena Rocha Lima Huhtala, obrigada por ser minha orientadora, e por toda parceria que desenvolvemos ao longo desses cinco memoráveis anos de pós-graduação. Evoluímos juntas, com a senhora eu aprendi o significado de ser um professor de uma forma completa, agregando não só conhecimento, mas também respeito e amor na profissão acadêmica.

Ao Prof. Dr. César Rogério Pucci que contribui com esse trabalho, me orientando em análises e partilhando seu conhecimento.

Ao Prof. Dr. Sérgio Eduardo de Paiva Gonçalves, por todos os anos de convivência, pela sensibilidade com que vejo o seu tratar com nós alunos e sua dedicação ao programa.

Ao Prof. Dr. Marcelo Gianinni que cedeu o uso do equipamento e foi muito solícito em todo esse processo.

À Profa. Dra. Priscila Christiane Suzy Liporoni, por ter participado da minha formação na Graduação, me apresentando a Dentística e ser minha referência de uma profissional dedicada ao ensinar e a constante busca pelo aprimoramento.

À Profa. Dra. Gabriela Hurtado, por me receber no departamento de Engenharia, abrir as portas viabilizando este estudo, e pela parceria na troca do conhecimento.

Ao meu irmão Luiz Felipe, em todos os anos partilhou dos desafios que surgiram, ter você ao meu lado é como viver eternamente com um amigo.

As amigas: Cassia Cestari, Ingrid Fernandes, Marina Gullo, Tânia Mara. Por todos momentos que dividimos, e por tudo que vivemos tornando essa caminhada mais leve, tenho um enorme carinho por cada uma de vocês.

Aos amigos que o ICT me apresentou e que tiveram participação ativa nesse trabalho: Maria Luiza Rocha Campello e Stefhany Barbizan Astuti (nosso time Huhtala's) foram inúmeras viagens, trabalhos laboratoriais, alunos de iniciação e projetos, vocês duas foram essenciais nesse processo e bênçãos na minha vida. A amiga Lucélia Lemes Gonçalves que sempre foi muito solícita ao ajudar compartilhando em conhecimento e conselhos.

A amiga Bianca Andrade, por toda paciência, você sempre esteve ao meu lado nesses anos de Doutorado. Obrigada pelo entendimento em momentos que não foi possível estar presente pela dedicação que esses anos exigiram. E também a amiga Ariely da Costa, pelos dias em que me deu força a continuar e os finais de semana que me acompanha em laboratórios.

Aos meus alunos que tive a oportunidade co-orientar em seus Tcc's: Tainá Teixeira Franco, Marina Peres, Thaís Alves, Bruno Elias Veloso e Gabrielle Furoni; e ainda a todos de iniciação: Carla Luana, Vivian Kim, Antonio Henrique, Cassio Lucio Alisson Henrique.

Ao Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos – UNESP.

Ao Prof Titular Alexandre Luiz Souto Borges, Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, por sua dedicação e prestatividade em fazer um curso de melhor qualidade.

A técnica Thais Cachuté Paradella, por todas as imagens desse trabalho. Por mesmo quando surgiam imprevistos, encontrar espaços e formas de me ajudar, com meu projeto e dos alunos que co-orientei, sua contribuição é algo que serei eternamente grata.

A técnica Thais do IEAmar, ao técnico Milton do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE).

Ao Thiago da Universidade de Araras que cedeu prontamente o uso do seu laboratório e ao Bruno da empresa Surface.

Aos docentes do Programa de Pós-graduação do Departamento de Odontologia Restauradora, obrigada por todas as orientações.

À CAPES pela concessão de bolsa.

Às funcionárias do Departamento de Odontologia Restauradora Josi e Fernanda, por estarem sempre dispostas a colaborar.

À equipe da Biblioteca pela ajuda na elaboração deste trabalho, contribuindo com o acesso ao material bibliográfico e à bibliotecária Renata Aparecida Couto Martins que orientou sua normalização.

Em todo tempo à Deus!

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	9
RESUMO	11
1 INTRODUÇÃO	14
2 REVISÃO DE LITERATURA	19
2.1 Substrato Dentário	21
2.2 Cerâmica de dissilicato de lítio.....	28
3 PROPOSIÇÃO	35
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	36
4.1 Delineamento Experimental.....	36
4.2 Aspectos éticos	37
4.3 Fase I: resistência de união.....	37
4.3.1 Adesão ao substrato dental.....	39
4.3.1.1 Distribuição Experimental	42
4.3.2 Adesão a cerâmica de dissilicato de lítio	45
4.3.2.1 Distribuição Experimental	50
4.3.3 Procedimento adesivo	51
4.3.4 Uso do plasma não térmico de argônio	53
4.3.5 Avaliações.....	54
4.3.5.1 Ensaio de resistência de união ao microcisalhamento	54
4.3.5.2 Análise das fraturas	55
4.3.5.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	56
4.4 Fase II: avaliação dos substratos dentais	57
4.4.1 Distribuição experimental	61
4.4.2 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) 62	
4.4.3 Cromatografia gasosa/espectrometria de massas (MDGC/GCMS)....	63
4.4.3.1 Procedimento analítico CG- HS- FID	64

4.4.3.2 Metodologia CG- HS- MS	65
4.5 Análise estatística	66
4.5.1 Tamanho da amostra	66
4.5.2 Análise dos dados	67
5 RESULTADO	68
5.1 Esmalte	68
5.2 Dentina	72
5.3 Cerâmica	74
5.4 Análise Fractográfica.....	79
5.5 Microscopia eletrônica de varredura	80
5.5.1 Primeira etapa do MEV: análise da área de fratura nos substratos..	80
5.4.2 Segunda etapa do MEV: análise da interface adesiva dos substratos	85
5.5 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)...	91
5.6 Cromatografia gasosa/espectrometria de massas (MDGC/GCMS) – (<i>Estudo em andamento</i>)	93
6 DISCUSSÃO	100
7 CONCLUSÃO	109
REFERÊNCIAS	111

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA	Análise de variância
ATR	Attenuated total reflection
BisGMA	Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato
CAD	Computer-aided design
cm ⁻²	Centímetro quadrado
DC	Grau máximo de conversão
EI	Energia de ionização
FTIR	Espectroscopia de Infravermelho
HEMA	2-hidroxietil metacrilato
HF	Ácido fluorídrico
HT	High Translucency
IPS	In-plane switching
ISO	International Organization for Standardization
Kgf	Quilograma-Força
LED	Light Emitting Diode
L/min	Litro por minuto
MDGC/GCMS	Sistema de Cromatografia Gasosa Multidimensional
MDP	10-Metacriloiloxidecil
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mm ²	Milímetro quadrado
mm/min	Milímetro por minuto
MPa	Mega pascal
m/z	Taxa de massa por carga
mW/cm ²	Megawatt por centímetro quadrado
N	Newton

Nm	Nanômetro
pH	Potencial Hidrogeniônico
PLA	Plasma não térmico de argônio
PVC	Policloreto de polivinila
Rpm	Rotações por minuto
sccm	Centímetro cúbico padrão
Slm	Selective Laser Melting
TEGDMA	Dimetacrilato de trietilenoglicol

Dantas DCB. Influência do tratamento do substrato com plasma não térmico na resistência de união em cimentação adesiva[tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2018.

RESUMO

Objetivo: avaliar a influência do tratamento de superfície com plasma não térmico de argônio (PLA) na resistência de união de cimentos resinosos ao esmalte, à dentina e à cerâmica de dissilicato de lítio. Observar, no esmalte e na dentina, através de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) os compostos inorgânicos e da cromatografia gasosa a alteração dos compostos orgânicos voláteis nas condições experimentais propostas. **Material e Método:** Foram avaliados 3 cimentos resinosos: Variolink Esthetic LC e N (Ivoclar Vivadent), e Panavia V5 (Kuraray). Foram utilizados 240 dentes bovinos, dos quais 150 tiveram a superfície do esmalte exposta e 90 a de dentina. Foram obtidas 150 lâminas de cerâmica de dissilicato de lítio (12 x 14 x 0,5 mm). Os grupos foram divididos de acordo com o tratamento de superfície e o substrato. Os tratamentos para as superfícies de esmalte e dentina foram: EA (esmalte/ácido fosfórico); DA (dentina/ácido fosfórico); EPS (esmalte/PLA 30 s); EPM (esmalte/PLA 1 min); DPS (dentina/PLA 30 s); EAPS (esmalte/ácido fosfórico/PLA 30 s) e EAPM (esmalte/ácido fosfórico/PLA 1 min); e, DAPS (dentina/ácido fosfórico/PLA 30 s). Os tratamentos para as superfícies da cerâmica foram: CA (cerâmica/ácido fluorídrico), CPS (cerâmica/PLA 30 s); CPM (cerâmica/PLA 1 min); CAPS (cerâmica/ácido fluorídrico/PLA 30 s) e CAPM (cerâmica/ácido fluorídrico/PLA 1 min). Posterior aos tratamentos, cilindros dos cimentos resinosos (0,8 mm/1,5 mm) foram confeccionados sobre as superfícies dos substratos. Após 48 h, os espécimes foram submetidos ao ensaio mecânico de microcisalhamento (10 Kgf/1 mm/min) até a fratura. A área fraturada foi analisada em estereomicroscópio. As superfícies tratadas e a interface adesiva foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Através do FTIR foram observados os espectros de amostras tratadas de esmalte e dentina. Os dados da resistência de união foram submetidos à análise estatística ANOVA e teste de Tukey (5%). **Resultados:** Para o esmalte os tratamentos de superfície não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si; para a dentina o grupo DPS apresentou os maiores valores de resistência de união; e, para a cerâmica o tratamento CA apresentou os maiores valores de resistência de união. Para esmalte e dentina, o FTIR, mostrou alterações do conteúdo da água, carbonato e fosfato e a cromatografia gasosa das substâncias orgânicas voláteis. **Conclusão:** O tratamento de superfície com

PLA não influencia a resistência de união de cimentos resinosos ao esmalte, aumenta à dentina e diminui ao dissilicato de lítio. As análises observacionais no FTIR sugerem que o plasma não altera compostos do esmalte e da dentina.

Palavras-chave: Cerâmica. Plasma. Argônio. Dentina. Esmalte.

Dantas DCB. Influence of the substrate treatment with non-thermal plasma on bond strength of adhesive cementation [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2018.

ABSTRACT

Objective: to evaluate the influence of surface treatment with non - thermal argon plasma (PLA) on bond strength of resin cements to enamel, dentin and lithium disilicate glass ceramic; and, to observe, through Fourier Transform Modified Infrared Spectroscopy (FTIR), the inorganic compounds and through gas chromatography, the alteration of the volatile organic compounds, on the enamel and dentin, under the experimental conditions. Material and Method: Three resin cements: Variolink Esthetic LC and N (Ivoclar Vivadent) and Panavia V5 (Kuraray) were evaluated. Twenty hundred and forty bovine teeth were used, among which 150 specimens with enamel surface exposure and 90 with dentine exposure. One hundred and fifty lithium disilicate glass ceramic slices (12 x 14 x 0.5 mm) were obtained. The groups were divided according to the substrate and surface treatment. The treatments for enamel and dentin surfaces were: EA (enamel / phosphoric acid); DA (dentin / phosphoric acid); EPS (enamel / PLA 30 s); EPM (enamel / PLA 1 min); DPS (dentin / PLA 30 s); EAPS (enamel / phosphoric acid / PLA 30 s) and EAPM (enamel / phosphoric acid / PLA 1 min); and, DAPS (dentin / phosphoric acid / PLA 30 s). The treatments for the ceramic surfaces were: CA (ceramic / hydrofluoric acid), CPS (ceramic / PLA 30 s); CPM (ceramic / PLA 1 min); CAPS (ceramic / hydrofluoric acid / PLA 30s) and CAPM (ceramic / hydrofluoric acid / PLA 1 min). After the treatments, resin cement cylinders (0.8 mm / 1.5 mm) were built on the substrate's surfaces. After 48 h storage bond strength tests (μ SBS) were performed in a universal testing machine (10 Kgf / 1 mm / min) until failure to fracture, and failure mode was analyzed under a stereomicroscope. The treated surfaces and the adhesive interface were analyzed by Scanning Electron Microscopy (SEM). The FTIR was used to observe the spectra of enamel and dentin treated samples. Bond strength data were submitted to ANOVA and Tukey test (5%). Results: for the enamel there was not a statistically significant difference among surface treatments; for the dentin, the DPS group presented the highest bond strength; and for the ceramic the AC treatment presented the highest values of bond strength. For the enamel and the dentin samples, the FTIR observations showed changes in water, carbonate and phosphate contents and the gas chromatography in the volatile organic substances. Conclusion: Surface treatment with PLA does not influence the bond strength of resin

cements to the enamel, increases the bonding to dentin and decreases to the lithium disilicate. Observational analysis on FTIR suggest that non-thermal plasma does not alter enamel and dentin compounds.

Keywords: Ceramics. Plasma. Argon. Dentin. Enamel.

1 INTRODUÇÃO

A longevidade das restaurações estéticas é altamente dependente das características e composição química dos materiais, podendo ser afetada pela degradação biológica e química no ambiente oral (Hoorizad Ganjkar et al., 2017). O desempenho clínico das restaurações totalmente cerâmicas está relacionado à adesão gerada aos substratos envolvidos (cerâmica e estrutura dental), dependendo da resistência e durabilidade da ligação formada entre a superfície do dente, o agente de cimentação e a cerâmica (Vinod Kumar et al., 2014; Naumova et al., 2016).

O conceito de adesão envolve: adesivo, forças de união, energia de superfície e durabilidade; e há uma combinação entre uniões micromecânicas e químicas. A longevidade e resistência de união entre o elemento dental e o procedimento restaurador direto ou indireto, ainda hoje é objeto de estudo. Existe uma grande dificuldade em promover uma união efetiva à estrutura dental, principalmente quando as margens do preparo encontram-se em dentina (Guruprasada et al., 2015). O tratamento das superfícies dentárias visa melhorar essa união e pode ser com a técnica do condicionamento total ou ainda com adesivos autocondicionantes.

No condicionamento total do esmalte a adesão ocorre por retenção micromecânica e envolve preferencialmente a remoção dos núcleos dos prismas de esmalte com o uso do ácido fosfórico 37%. O adesivo penetra nas irregularidades da estrutura de hidroxiapatita desmineralizada pelo condicionamento ácido. Já na dentina, a adesão ocorre pela ação do ácido removendo totalmente a smear layer (material amorfo formado de restos dentinários, partículas de esmalte, componentes salivares e bactérias criada durante o preparo cavitário) dissolvendo a camada peritubular, expondo as fibras

colágenas e permitindo a infiltração do monômero no interior da dentina desmineralizada (Van Meerbeek et al., 2003; Hanabusa et al., 2012).

Para o uso dos adesivos autocondicionantes não existe a aplicação prévia do ácido fosfórico, mas sim a aplicação de um primer ácido que desempenha as funções do condicionador e do primer propriamente dito, aplicado separadamente ou em conjunto com o adesivo. Em esmalte, a camada aprismática não é dissolvida, ocorre um condicionamento discreto deixando o esmalte mais poroso. Portanto, ainda não existe um consenso sobre o seu uso nessa superfície. Em dentina, o uso do primer ácido promove a dissolução da camada de smear layer, desmineralização da dentina intertubular, entretanto, sem a desmineralização da dentina peritubular. A infiltração do adesivo forma uma camada híbrida mais fina, mas sem diminuir a resistência adesiva (Gonçalves et al., 1999; Aguilar-Mendoza et al., 2008; Hanabusa et al., 2012; Barcellos et al., 2016).

Os tratamentos de superfície de materiais cerâmicos visam promover condições que proporcionem uma adesão mais efetiva (Guruprasada et al., 2015). Os métodos de preparação atuais envolvem o uso do ácido fluorídrico e o jateamento da superfície com partículas abrasivas de óxido de alumínio envolvidas por sílica, promovendo uma retenção micromecânica. A ação promovida pelo ácido fluorídrico se deve à corrosão da superfície provocada pela ação dos íons fluoreto sobre a malha de silício-oxigênio. Esse efeito é potencializado pela diminuição do pH e aumento da concentração de íon fluoreto no ácido utilizado. E no jateamento pela ação abrasiva da incorporação das partículas de alumínio envolvidas por sílica na superfície. Com esses tratamentos é possível obter uma superfície mais reativa a silanização. O uso do silano promove uma ligação física combinada a uma ligação química entre a cerâmica tratada e o cimento resinoso (Amaral et al., 2014; Oztürk, Bolay, 2014).

As cerâmicas vítreas diferem em conformação química e microestrutura, fazendo com que os protocolos para cimentação variem de acordo com o material. A cerâmica de dissilicato de lítio, objeto do nosso estudo, vem sendo cada vez mais eleita em procedimentos restauradores estéticos indiretos. O dissilicato de lítio, é composto por subestrutura de vidro-cerâmica a base de dissilicato de lítio 60% ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$), com um recobrimento estético baseado em fluorapatita, e pode ser processado pelo sistema CAD/CAM ou pelo sistema prensado (Della Bona, Anusavice, 2002).

O tratamento de superfície mais amplamente aceito para essa cerâmica é a aplicação do ácido fluorídrico (HF) seguida de um agente silano ou primer cerâmico que propicia uma união química entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do agente de união aplicado sobre a superfície cerâmica por meio de uniões siloxanas. No entanto, devido à toxicidade do HF e o cuidado necessário ao manuseá-lo na clínica odontológica, estudos estão sendo sugeridos para substituir o seu uso (Della Bona, Anusavice, 2002). Estudo anterior também relatou o tratamento de superfície com laser e a melhora na resistência à tração do cimento resinoso ao dissilicato de lítio (Feitosa et al., 2017).

Estudo anterior, comparando o tratamento de superfície de uma cerâmica de dissilicato de lítio com o uso do HF e o jateamento, demonstrou que o tratamento de superfície com ácido fluorídrico 5% forneceu os maiores valores de resistência mecânica (compressão e flexural) inicial do que o tratamento com o jateamento, entretanto, o ácido fluorídrico 5% tornou o dissilicato de lítio mais susceptível ao crescimento subcrítico de trinca e com menor confiabilidade estrutural do que com o jateamento de óxido de alumínio revestido por sílica (Carvalho et al., 2016).

Uma alternativa ao tratamento de superfície, é a aplicação de plasma não térmico de argônio, onde através da interação entre íons e elétrons do plasma ocorre a quebra dos radicais estabilizados formando grupos polares superficiais,

promovendo assim a descontaminação e o aumento da reatividade da superfície e a interação com o cimento resinoso (Ritts et al., 2010; Dong et al., 2013; Canullo et al., 2014).

A literatura nos relata diferentes tratamentos de superfície dentária, considerando restaurações adesivas diretas; irradiação a laser (Gonçalves et al., 1999), desproteinização da dentina (Augusto et al., 2018), agentes de ligação cruzada de colágeno, condicionamento com diferentes ácidos (Pavan et al., 2010), e até mesmo a aplicação de plasma não térmico (Ritts et al., 2010; Abreu et al., 2016; Franco et al., 2016; Liu et al., 2016; Fernandes et al., 2017; Ayres, Bonvent, et al., 2018).

Os estudos demonstram que o uso do plasma não térmico garante uma melhoria na adesão dentária, é possível obter uma maior molhabilidade da superfície da dentina, melhora a polimerização da resina, e ainda uma penetração mais profunda do adesivo. Entretanto ainda são necessários mais estudos para a consolidação do uso do plasma não térmico em procedimentos de restaurações indiretas.

Considerando ainda que em cimentações adesivas em procedimentos estéticos onde a preservação da estrutura dentária é um fator considerável, e a não realização de preparos retentivos, a adesão pode ser considerada preponderantemente um fator químico. Torna-se importante a proposição de técnicas que possibilitem uma melhor união entre os substratos e os materiais envolvidos na técnica restauradora.

Como o pré-tratamento da superfície dental e do material restaurador pode determinar a qualidade da adesão, e considerando os protocolos já estabelecidos na literatura e suas limitações, o objetivo do nosso estudo foi avaliar o tratamento das superfícies com plasma não térmico, que tem demonstrado potencial para representar uma evolução e alternativa futura na ativação do processo de união dente/cimento/material restaurador. Avaliando

sua interferência no binômio substrato/material e buscando identificar as alterações estruturais/químicas promovidas no esmalte e dentina.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Existem cinco estados da matéria: sólido, líquido, gasoso, plasma e condensado de Bose-Einstein. O plasma é um gás ionizado e descrito como o quarto estado da matéria, e pode ser encontrado na natureza ou produzido artificialmente. Sir William Crookes, um físico britânico, descobriu o plasma em 1879 e Irving Langmuir o nomeou em 1929. Na natureza é descrito como o fenômeno da Aurora Boreal, raios, a ionosfera da Terra e o sol. Quando produzido artificialmente é utilizado em monitores e lâmpadas fluorescentes, tratamento de superfície de sólidos, purificadores de ar e, atualmente, também no setor biomédico (Loh, 1999; Ranjan et al., 2017).

O plasma pode ser de baixa pressão ou pressão atmosférica. Com base nas temperaturas relativas dos íons, neutros e elétrons, os plasmas são categorizados como “térmicos” ou “não térmicos” (Ranjan et al., 2017). O plasma não térmico tem sido amplamente utilizado em aplicações biomédicas. Na odontologia, diversos estudos já descreveram algumas ações do tratamento com plasma: desinfecção de raízes e redução de bactérias que causam falhas nos tratamentos endodônticos (Kieft et al., 2004), efeitos sobre a dentina (Pierdzioch et al., 2016), esterilização de instrumentos (Sung et al., 2013), cicatrização, liberação de hidroxila e outros íons em biossoluções, remoção de bactérias em fendas gengivais (Kumar et al., 2014), eliminação de bactérias cariogênicas, jatos de plasma geram espécies reativas de oxigênio (intracelulares e extracelulares), diminuição de biofilme (Attri et al., 2015), eliminação de *P. gingivalis* (Jablonowski et al., 2017), regeneração periodontal (Chen et al., 2013), mudanças na textura da superfície dos implantes dentários e consequente, melhor osseointegração, controle da coagulação sanguínea. Outra possibilidade é no uso para o clareamento dental; o componente principal envolvido no

processo de clareamento dental é conhecido por ser radicais hidroxila (OH), que é uma das espécies reativas do oxigênio. O plasma pode ser uma boa ferramenta para o clareamento dental, pois é uma boa fonte de espécies reativas de oxigênio (Jha et al., 2017; Ranjan et al., 2017).

Kim et al. (2013) realizaram uma revisão da literatura, afim de elucidar as diferentes aplicações do plasma não térmico. Os métodos atuais para tratamento de doenças infecciosas orais, resumem-se basicamente a remoção cirúrgica e/ou tratamento com antibióticos. Entretanto, são restritos para mulheres grávidas, pacientes com diabetes e outras condições especiais. Plasmas não térmicos mostraram grande potencial como técnicas nobres para aplicações odontológicas devido à segurança e efeitos multifuncionais alcançados pelos abundantes componentes do plasma, incluindo partículas carregadas, radiação e espécies reativas. A vantagem do uso do plasma atmosférico está relacionada a sua alta eficiência bactericida, facilidade de aplicação aos tecidos orais, e como o plasma não induz danos térmicos, não causa dor nos pacientes. A exposição ao plasma elimina a ação das bactérias sem danificar os tecidos humanos e sem induzir quimio resistência nas bactérias. O mecanismo de esterilização por plasma está relacionado à abundância de componentes plasmáticos, incluindo espécies reativas de oxigênio, íons e elétrons, além de campos UV e eletromagnéticos.

O plasma não térmico possui a capacidade de modificar as características de superfície de biomateriais. Ele é produzido pela transformação de um composto em um gás. Em seguida, a ionização da partícula de gás ocorre pela aplicação de energia na forma de luz, calor, radiação ou corrente elétrica. A energia presente no campo eletromagnético mantém o estado de plasma, os elétrons são acelerados e resultam em ionização de partículas, radiação e criação de espécies reativas. Dureza, capacidade de umedecimento, resistência à corrosão química, são características que podem ser modificadas pelo uso do

plasma não térmico (Ranjan et al., 2017).

A capacidade do plasma de alterar apenas as propriedades físico-químicas da superfície de um material sem alterar suas propriedades mecânicas, é vantajosa. Se utilizado correta e eficazmente, o tratamento com o plasma da superfície dentinária deverá evitar a contaminação e preparar a superfície dentinária para uma adesão forte e durável para materiais restauradores (Yavirach et al., 2009; Ritts et al., 2010).

Quando aplicado em polímeros, possui a capacidade de alterar as características principalmente de hidrofiliabilidade e molhabilidade de superfícies (Duan et al., 2007). A aplicação do plasma não térmico no substrato dental aumenta a molhabilidade, e conseqüentemente, sua energia de superfície, deixando a mais susceptível à ligação com sistemas adesivos (Chen et al., 2013).

A elaboração desta revisão de literatura objetiva abordar algumas das pesquisas mais relevantes que precederam este estudo. Para a melhor compreensão do assunto, esta revisão foi dividida em dois tópicos: substrato dentinário e cerâmica dissilicato de lítio.

2.1 Substrato Dentário

Ritts et al. (2010) avaliou os efeitos do tratamento com plasma atmosférico não térmico sobre superfície de dentina previamente a restaurações em resina composta. Foram utilizados terceiros molares humanos extraídos sem ruptura, após a remoção das coroas, as superfícies foram tratadas com ácido fosfórico a 35%. Em seguida as superfícies de dentina foram tratadas utilizando um jato de plasma atmosférico de argônio não-térmico por diferentes períodos de tempo. A estrutura molecular da superfície da dentina desmineralizada antes

e após o tratamento com plasma foi monitorada usando um espectrofotômetro de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) Perkin-Elmer (Waltham, MA, EUA) com uma resolução de 4 cm^{-1} na refletância total atenuada (ATR) modo de amostragem. O cristal ATR era de diamante com uma faixa de transmissão entre 650 a 4000 cm^{-1} . Para avaliar a resistência de união da interface dente/resina, os dentes restaurados foram seccionados em palitos e submetidos ao teste de tração. Os dados coletados foram analisados pelo teste de Student Newman Keuls. A análise de superfície por FTIR mostrou mudanças estruturais na superfície da dentina desmineralizada após tratamentos com plasma. Foi observado, um novo pico de ombro em torno de 1760 cm^{-1} associado ao alongamento de grupos carbonila; e observou-se um desvio de amida II de 10 cm^{-1} (1543 cm^{-1} antes de 1533 cm^{-1} após), o que pode indicar as alterações estruturais secundárias do colágeno após o tratamento com plasma. Para o teste de micro tração foi observado aumento na resistência de união (em 64%) para a dentina periférica que foi tratada com plasma por 30 s e essa condição foi observada até a aplicação do tempo de 100 s, com o tempo de tratamento maior, a resistência à tração diminuiu. No entanto não houve melhora na resistência de união da dentina interna tratada com o plasma.

Ina Koban et al. (2011) investigaram se o processo do plasma à pressão atmosférica é capaz de melhorar a capacidade de umedecimento da dentina e hidroxiapatita, assim como, se o aumento da molhabilidade traduz-se em uma maior capacidade de propagação dos osteoblastos. O tratamento das superfícies foi realizado com um jato de plasma em hidroxiapatita, marfim de mamute e discos de dentina humanos. Discos de dentina 13 mm de diâmetro e 3 mm de espessura foram produzidos através do marfim fossilizado extraído dos restos fossilizados dos mamutes que foram extintos nos últimos 10 mil anos, através do permafrost. Todos os discos foram feitos de um mesmo dente e usados como controle da dentina de mamíferos, devido à sua menor variabilidade

interindividual. Foram utilizados também, discos feitos de dentes humanos extraídos (dois discos por dente). O tratamento foi com plasma de argônio (Ar), ajustado para 5 slm. A distância de amostragem de 3 mm. Foram utilizadas 3 composições diferentes de gás para o plasma (argônio, argônio + 0,2% oxigênio / argônio + 1% oxigênio) com 3 tempos de aplicação (30, 60 e 120 s). O procedimento de tratamento foi repetido dez vezes. Ao todo, 360 discos foram tratados (três superfícies x três misturas gasosas, quatro intervalos de tratamento e dez repetições). Ângulos de contato da água e difusão de células osteoblastos MG-63 foram medidos antes e depois do tratamento de plasma. Os autores observaram como resultados que os ângulos de contato dos três materiais investigados foram significativamente reduzidos após a aplicação do plasma por 120 s (reduziu os ângulos de contato para 0°, indicando uma superfície ultra-hidrofílica), sendo a redução mais eficaz do ângulo de contato observada após 60 ou 120 s de aplicação do plasma com a composição de Ar + 1% O₂. Também, a área de células de osteoblastos cultivadas em dentina tratada com plasma de Ar + 1% O₂ foi maior do que nas superfícies de dentina não tratadas ($p < 0,05$). Carbono (C), oxigênio (O), cálcio (Ca), magnésio (Mg), fósforo (P) e sódio (Na) podem ser detectados em discos de marfim de mamute por análise de EDX e a quantidade de carbono diminuiu e a quantidade de oxigênio aumentou após o tratamento com plasma. Este efeito foi mais pronunciado com o aumento da adição de oxigênio ao plasma. A quantidade de Ca, Mg e P também aumentou.

Chen et al. (2013) avaliou a eficácia do plasma atmosférico não térmico na molhabilidade e modificação superficial de substratos dentais e resinosos. Os efeitos do tratamento com plasma nestas superfícies foram analisados com medidas de ângulo de contato, espectroscopia de foto-emissão de raios X (XPS) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foram confeccionados oito espécimes de cada substrato: dentina, esmalte, resinas Filtek Z250 e Filtek LS

Silorane (3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, USA) com 2 mm de espessura e 10 mm de diâmetro. O protocolo de aplicação do plasma atmosférico não térmico de argônio foi: o caudal de argônio foi fixado a 2000 sccm, o comprimento do feixe era de 6 a 8 mm, distância de 2 mm entre o feixe e a superfície da amostra, temperatura inferior a 38 °C, a potência de entrada (5 e 10 W) e o tempo de tratamento de 5, 15, 30 e 45 s. A molhabilidade das superfícies à água foi determinada com medidas do ângulo de contato estático. Logo após o tratamento com plasma, os ângulos de contato das superfícies de cada grupo (n = 6) foram medidas usando um goniômetro de ângulo de contato (A-100, Ramé-hart Inc., NJ, EUA). Os resultados foram analisados por ANOVA unidirecional e teste t (α medida usando espectroscopia de foto emissão de raios X quantitativa, os dados foram adquiridos usando um espectrômetro eletrônico Kratos AXIS HS (Kratos Analytical Ltd., Manchester, Reino Unido). Os resultados do estudo demonstraram que, para a superfície da dentina: o ângulo de contato com a água da superfície não tratada foi de $64,5 \pm 5,7^\circ$, após o tratamento com plasma por apenas 5 s, foram reduzidos para $11,2 \pm 2,4^\circ$ (5 W) e $11,8 \pm 1,7^\circ$ (10 W). Com um tempo de tratamento de 15 s, os valores permaneceram os mesmos; mas diminuiu ainda mais para 4° após 30 s de tratamento. O valor do ângulo de contato sobre o esmalte e as resinas compostas demonstraram a mesma tendência da dentina: os valores diminuíram após apenas 5 s de tratamento com plasma. O ângulo de contato com a água da superfície do esmalte caiu de $24,0 \pm 5,5^\circ$ para $3,3 \pm 1,0^\circ$ após 30 s de tratamento com plasma; para a resina Z250, caiu de $46,0 \pm 1,3^\circ$ para $5,5 \pm 0,8^\circ$; e para a LS caiu de $102,0 \pm 2,4^\circ$ para $4,0 \pm 1,3^\circ$ após 30 s de tratamento. As análises do XPS demonstraram que antes do tratamento com plasma, o pico mais dominante estava associado ao pico de C 1s localizado a 285 eV. Após o tratamento com plasma, esse pico diminuiu, e o pico de O 1s localizado a 533 eV tornou-se a principal intensidade de foto emissão. Ao mesmo tempo, o peso espectral de Si 2p localizado em 103 eV

aumentou enquanto o Zr 3d em 183.6 eV apareceu. Nenhum sinal Ar foi detectado após o tratamento com plasma, indicando que nenhum argônio foi integrado nas superfícies do substrato. O percentual atômico de carbono (a.% C) diminuiu em todas as amostras modificadas por plasma: de 24,70% para 14,57% para dentina, 46,11% para 10,61% para esmalte, 79,22% para 59,43% para Z250 e 78,89% para 46,96% para LS. A porcentagem de nitrogênio (a% N) na dentina e no esmalte também diminuiu após o tratamento com plasma. A porcentagem atômica dos seguintes elementos aumentou após o tratamento com plasma: oxigênio (O) em todos os 4 substratos; cálcio (Ca) e fósforo (P) na dentina e no esmalte; silício (Si) e zircônio (Zr) em Z250; Si, ítrio (Y) e flúor (F) em LS. A relação O/C de todos os quatro substratos aumentou dramaticamente de acordo com os resultados calculados. Nenhuma diferença morfológica significativa pode ser observada entre as superfícies com diferentes tempos de exposição à escova de plasma. Os autores concluíram que após 30 s de tratamento, os valores foram reduzidos a $<5^\circ$, considerado próximo a superfícies muito hidrofílicas. A porcentagem de elementos associados ao mineral na dentina / esmalte (isto é, %P, %Ca) ou cargas nos compostos (isto é, %Si, %Ar, %Y, %F etc.) aumentou após o tratamento com plasma. A porcentagem de carbono (%C) diminuiu enquanto o oxigênio (%O) aumentou para todos os quatro substratos. Como resultado, a relação O/C dos substratos aumentou dramaticamente, sugerindo que novas porções polares contendo oxigênio foram formadas nas superfícies após o tratamento com plasma. O tratamento com plasma atmosférico não térmico de argônio pode ser utilizado para melhorar eficazmente a hidrofilicidade da superfície.

Dong et al. (2013) em estudo avaliou a eficácia do tratamento com plasma para melhorar interface adesiva através da realização de teste de resistência de micro tração (μ TBS). Foram extraídos e utilizados doze terceiros molares humanos não irrompidos. Para cada superfície de dentina, uma metade

foi tratada com o plasma de argônio não térmico, enquanto outra metade foi protegida com lâmina de vidro e usada como controle não tratado. O feixe de plasma foi operado em um nível atual de 6 mA (equivalente a um nível de potência de 2-3 W) usando a fonte de alimentação Spellman HV SL60 (Spellman, Nova York, EUA) e uma taxa de fluxo de argônio de 3.000 sccm por minuto. O tempo de tratamento com plasma foi de 30 s, e após a aplicação, a superfície da dentina era molhada para ficar visivelmente úmida antes de aplicar o adesivo dental. O adesivo Adper Single Bond Plus e a resina composta Filtek Z250 (3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, USA) foram utilizados para a restauração. O adesivo dental aplicado e fotopolimerizado por 10 s usando Spectrum 800 (Dentsply, Milford, DE, EUA). Em seguida, realizada a restauração e fotopolimerizado por 20 s. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37 °C por 24 h antes da obtenção dos palitos. Os resultados do teste mostraram que os espécimes tratados com plasma apresentaram valores de resistência de união substancialmente mais forte do que os seus correspondentes controles. Quanto ao tipo de falhas, falha na interface adesiva foi observada com maior frequência nos espécimes obtidos dos controles não tratados do que nos espécimes tratados com plasma. Através do microscópio óptico, notou-se que os espécimes tratados com plasma tinham menos defeitos ou espaços vazios na interface dentina / adesivo / resina composta, do que os controles do mesmo dente não tratados. Através do programa Image J a espessura da camada híbrida para amostras de plasma tratadas era $1,92 \pm 0,15 \mu\text{m}$, valor este maior do que a de $1,13 \pm 0,15 \mu\text{m}$ para as amostras não tratadas. Foi também observado o comprimento de tags de resina, em amostras com tratamento do plasma foi de $38,47 \pm 10,80 \mu\text{m}$, que foi mais longo do que o comprimento de $20,17 \pm 5,50 \mu\text{m}$ nos espécimes não tratados.

Ayres et al. (2018) avaliaram a influência de dois tempos de aplicação de plasma atmosférico não-térmico (NTAP) e dois tempos de armazenamento na

resistência de microtração (μ TBS) à dentina. Foram utilizados quarenta e oito molares humanos. Espécimes de dentina foram obtidos e metade de cada superfície dentinária recebeu condicionamento com ácido fosfórico, enquanto a outra metade foi coberta com uma barreira metálica e permaneceu sem tratamento. Posteriormente, o NTAP foi aplicado em toda a superfície da dentina (condicionada ou não) por 10 ou 30 s. Grupos controle não receberam tratamento com NTAP. O adesivo utilizado nesse estudo foi o Scotchbond Universal (SBU; 3M ESPE), e seguiu-se o procedimento restaurador com resina composta. Após 24 h de armazenamento de água a 37 °C, os espécimes foram seccionados perpendicularmente à interface de forma a obter amostras com condicionamento total e amostras autocondicionante. Metade dos espécimes de μ TBS foram testadas imediatamente até a falha, enquanto a outra metade foi armazenada em água deionizada por dois anos. A influência do NTAP nas propriedades mecânicas da interface dentina-resina foi estudada por meio da análise de nanodureza (NH) e módulo de Young (YM). A análise do ângulo de contato da água foi realizada utilizando um goniômetro e as imagens das gotículas na superfície de dentina foram capturadas em diferentes tempos de deposição de água (5 a 55 s). A análise de variância bidirecional revelou diferenças significativas nos valores de μ TBS do adesivo para a dentina após dois anos de armazenamento na água para o grupo sem tratamento ácido na superfície. Após dois anos de envelhecimento na água, o grupo controle ácido e o grupo ácido mais aplicação de NTAP por 10 s apresentaram menores médias de μ TBS em comparação ao grupo tratado com ácido mais aplicação de NTAP por 30 s. O plasma atmosférico não-térmico resultou em maior NH e YM para a camada híbrida. A influência do tratamento com plasma na hidrofilicidade foi mais evidente nas amostras de hidroxiapatita. A hidrofilicidade da dentina aumentou ligeiramente após 10 s de NTAP, mas a diferença foi maior quando o plasma foi usado por 30 s. Os autores concluíram que o tratamento com NTAP

na dentina por 30 s contribuiu para maiores níveis de μ TBS após dois anos de armazenamento na água para o grupo que recebeu o condicionamento ácido, enquanto nenhuma diferença foi observada entre os tratamentos no grupo sem ácido. Esse resultado pode estar correlacionado ao aumento da nanodureza e do módulo de Young da camada híbrida e à melhor infiltração do adesivo, uma vez que a hidrofilicidade da dentina também foi melhorada. Embora alguns efeitos tenham sido observados com o uso do NTAP por 10 s, os resultados sugerem que 30 s é o tempo de tratamento mais indicado.

2.2 Cerâmica de dissilicato de lítio

Han et al. (2012) em revisão sistemática discutiu os vários fatores envolvidos na união entre as cerâmicas vítreas e os cimentos resinosos. Oitenta e três artigos foram incluídos nesta revisão. Vários fatores que têm um possível impacto na união entre cerâmicas vítreas e cimentos resinosos foram discutidos, incluindo tipo cerâmico, estrutura cristalina de cerâmica, cimentos resinosos, fotopolimerização, tratamentos superficiais e metodologia de testes laboratoriais. Sobre os cimentos resinosos e a cerâmica de dissilicato de lítio, os autores apresentaram os seguintes resultados: a resistência ao cisalhamento após a termociclagem mais elevada foi obtida com a utilização do cimento Variolink II (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) ou RelyX Unicem (3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, USA) com tratamento de superfície com HF e silano, em comparação com Panavia F (Kuraray Noritake Dental International, Okayama, Japan) (Piwowarczyk et al., 2004). Em outro estudo demonstraram que, após termociclagem os cimentos Multilink (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) ou RelyX Unicem apresentaram maior resistência de união a microtração do que

o grupo Panavia F (Pisani-Proenca et al., 2006). Outro estudo utilizando termociclagem mostrou que o Variolink II apresentou uma resistência ao cisalhamento estatisticamente superior do que os cimentos Panavia 21, Panavia F, RelyX Unicem e RelyX ARC (Kumbuloglu et al., 2005). Embora o Panavia seja considerado um padrão ouro para os cimentos resinosos, nos estudos apresentados ele demonstrou resistência adesiva menor em comparação com outros cimentos resinosos. E comparado os cimentos resinosos fotopolimerizáveis com os duais, concluiu-se que os materiais ativados por luz apresentaram melhor desempenho do que os cimentos duais (Uctasli et al., 1994).

Vechiato Filho et al. (2014) em estudo avaliou a energia superficial da cerâmica de dissilicato de lítio após o tratamento com plasma não térmico (NTP) e caracterizou a rugosidade superficial com um perfilômetro e composição química superficial com espectroscopia de energia dispersiva (EDS) associada à microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foram confeccionados vinte e um espécimes de dissilicato de lítio (10 mm de diâmetro e 3 mm de espessura) e divididos em 3 grupos de acordo com o tratamento de superfície. O grupo controle não foi submetido a nenhum tratamento, exceto polimento superficial com lixa abrasiva. O polimento foi sequencial em uma polidora automática com lixas abrasivas de granulação 320, 400, 600 e 800 com irrigação constante. O grupo NTP foi submetido ao tratamento: NTP + monômero HMDSO antes da deposição de oxigênio (O₂); para o grupo ácido fluorídrico (HF): aplicação de HF 10% por 20 s. Em seguida, aplicação de silano por 2 min em todos os espécimes. Após a aplicação do silano, os espécimes foram colocados em estufa, aquecidos a 100°C por 1 min e lavados com água a 80°C por 15 s. Os plasmas de aplicação foram preparados a partir de misturas de 85% de vapor de HMDSO e 15% de Ar a uma radiofrequência de 13,56 MHz (50 W). Pressão de 8 Pa. Estudos prévios indicaram que esta metodologia proporciona

excelente adesão a superfícies metálicas e que o filme de organossilício fino é fisicamente estável. No entanto, uma vez que esses filmes se tornaram hidrofóbicos, O tratamento pós deposição com plasma foi necessário para transformar a fina película de organossilício em uma camada de sílica altamente hidrofílica. Imediatamente após a última deposição, HMDSO + Ar foi interrompido O₂ foi aplicado a 1,3 Pa. O plasma foi estabelecido com uma radiofrequência de 13,56 MHz (50 W). O ângulo de contato foi medido para calcular a energia da superfície. Além disso, a rugosidade superficial foi medida e analisada por microscopia eletrônica de varredura, e a composição química foi caracterizada por análise espectroscópica por energia dispersiva. Os resultados demonstraram que os espécimes tratados com HF exibiram valores de rugosidade estatisticamente maiores do que os grupos controle e NTP. Nenhuma diferença significativa foi encontrada na rugosidade da superfície entre os grupos controle e NTP. Uma diferença significativa nos valores da energia superficial total foi observada entre os tratamentos, o grupo controle e HF exibiram valores de energia superficial total estatisticamente inferiores ao tratamento com NTP. Quanto aos componentes dispersivos e polares, observou-se pequeno aumento nos componentes dispersivos do grupo NTP. Os resultados do MEV revelaram uma superfície mais homogênea para o grupo NTP do que a encontrada no grupo controle, indicando a adesão de uma película fina de sílica. Por fim, a análise EDS encontrou altos níveis de O e silício (Si) e uma grande redução dos níveis de C na superfície dos espécimes após o tratamento com NTP.

Lise et al. (2015) investigaram o efeito da corrosão pelo ácido fluorídrico (HF), solução de silano e aplicação do sistema adesivo na resistência de união ao microcisalhamento (μ SBS) da cerâmica de dissilicato de lítio (LD) a três cimentos resinosos. Trinta e seis blocos IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) foram cortados em 72 seções retangulares (16 mm $\times$ 2 mm). Após limpeza

ultrassônica com água destilada por 15 min, os espécimes LD foram ao forno para o processo de cristalização recomendado pelo fabricante. Após o resfriamento, as amostras foram embutidas em resina epóxi e a superfície polida com lixa de carboneto de silício de granulação 600 por um min. A delimitação da área de colagem foi conduzida de acordo com o método de Shimaoka: uma fita adesiva dupla face, resistente aos ácidos (Scotch Permanent Double Sided Tape, 3M, St Paul, MN, EUA) foi perfurada com três orifícios de 0,8 mm de diâmetro e posicionada sobre a superfície da cerâmica. Os tratamentos foram: Tratamento de superfície: 1) NT = sem tratamento; 2) HF = HF 4,8% (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent) por 20 s. Solução de silano: 1) Sem silano; 2) Monobond Plus (Ivoclar Vivadent), aplicado e deixado reagir durante 60 s. 3) Monobond Plus + ExciTE F DSC (Ivoclar Vivadent), adesivo aplicado por 10 s e seco ao ar por cinco segundos. Cimento de resina: 1) Variolink II (Ivoclar Vivadent), 2) Multilink Automix (Ivoclar Vivadent), 3) RelyX Unicem 2 (3M ESPE). Tubos Tygon ($\varnothing = 0,8$ mm) foram utilizados como matrizes de cilindros para aplicação de cimento resinoso. Após 24 h de armazenamento de água, os espécimes foram submetidos ao teste μ SBS. O modo de falha foi avaliado em microscópio óptico e classificado como adesivo, misto, coesivo em cimento resinoso ou coesivo em cerâmica. Os dados foram analisados estatisticamente com análise de variância de três vias e teste de Dunnett ($p < 0,05$). Os resultados do estudo demonstraram que, quando as médias foram agrupadas para o tratamento da superfície dos fatores, a HF resultou em um μ SBS significativamente maior do que o NT ($p < 0,0001$). Em relação ao uso de solução de silano, os valores médios de μ SBS obtidos com Monobond Plus e Monobond Plus + ExciTE F DSC não foram significativamente diferentes, mas foram superiores aos obtidos sem silano ($p < 0,001$). Considerando o fator cimento resinoso, o Variolink II resultou em uma média significativamente maior de μ SBS do que o RelyX Unicem 2 ($p < 0,03$). A média μ SBS para

Multilink Automix não foi significativamente diferente das de Variolink II e RelyX Unicem 2. De acordo com o teste post hoc de Dunnett ($p < 0,05$), não houve diferença significativa em μ SBS entre os diferentes cimentos resinosos para superfícies LD condicionadas com HF e silanizadas (com ou sem aplicação adesiva).

Dos Santos et al. (2016) em um estudo in vitro avaliou a superfície do dissilicato de lítio após o depósito de um filme de organossilício com o tratamento NTP e verificou a energia superficial antes e após o envelhecimento atmosférico até 30 dias. Dezesesseis discos de dissilicato de lítio (10 mm de diâmetro 3 mm de espessura) foram confeccionadas e realizadas as análises iniciais de caracterização superficial e energia superficial (T0). Em seguida, uma película fina organossilício foi depositada por tratamento com NTP. Imediatamente após sua aplicação (T1) e após a aplicação do ar atmosférico para 7 (T2), 15 (T3) e 30 dias (T4), novas análises foram realizadas. Para o tratamento de NTP, filmes de organossilício foram depositados a partir de uma mistura de 85% de vapor hexametildisiloxano e 15% de argônio (Ar) sob pressão de 8,0 Pa, resultando em uma pressão constante de trabalho de 20,0 Pa. Essa mistura foi interrompida e um tratamento de superfície com oxigênio plasma (O₂) foi admitido sob pressão de 1,3 Pa, resultando em pressão de trabalho de 13,5 Pa. Os tratamentos foram realizados com aplicação de energia de radiofrequência (13,56 MHz, 50 W) por 30 min. A superfície de dissilicato com filme de organossilício foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia de força atômica (AFM). Os principais elementos químicos da superfície do disco foram identificados através da espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Os resultados deste estudo, demonstraram que o tratamento com NTP produziu um filme homogêneo na superfície da cerâmica. Estes resultados indicam a presença de um filme de organossilício com boa estabilidade aderida às superfícies de dissilicato de lítio.

Os resultados iniciais do mapeamento EDS (T0) detectaram a presença de zinco (Zn), alumínio (Al), carbono (C), oxigênio (O) e silício (Si), comumente observados em cerâmica de dissilicato de lítio. Após tratamento com NTP (T1, T2, T3 e T4), foram observadas grandes quantidades de C, O e Si, sugerindo aderência do filme organossilício na superfície cerâmica e sua manutenção durante o envelhecimento no ar atmosférico. Os elementos químicos iniciais Zn e Al não foram observados na superfície da cerâmica, sugerindo que a espessura do filme é semelhante ou ligeiramente superior à profundidade máxima atingida pelo método EDS. A energia superficial foi estatisticamente maior no período imediatamente após a deposição do filme de organossilício (T1) e foi semelhante nos períodos T0, T2, T3 e T4. Houve uma redução do ângulo de contato imediatamente após o tratamento com NTP (0 graus). Isto indica um ligeiro aumento nos componentes polares na superfície da cerâmica imediatamente após o tratamento com NTP (T1) e a sua diminuição com o envelhecimento, assemelhando-se aos resultados da linha de base (T0). Foi observada uma tendência a aumentar a proporção de C e O nas superfícies envelhecidas por 7 dias, consistente com a redução de energia superficial. Com base nos resultados deste estudo *in vitro*, os autores concluíram que o tratamento com NTP pode promover a ligação às superfícies de dissilicato de lítio devido à sua alta molhabilidade superficial. No entanto, após o envelhecimento do ar, a molhabilidade não foi durável.

Sundfeld et al. (2018) avaliou como as concentrações de ácido fluorídrico (HF) aplicadas a uma vitro cerâmica de dissilicato de lítio (EMAX) afetam a morfologia superficial e a resistência de união a microtração (μ TBS) da cerâmica à dentina, utilizando cimentos resinosos fotopolimerizados com e sem UDMA em sua formulação. Foram utilizados sessenta e cinco terceiros molares humanos recém-extraídos. Sessenta e três blocos de cerâmica EMAX foram condicionados por 20 s, utilizando diferentes concentrações de HF (1%, 5% e

10%). Estes foram cimentados a dentina usando dois tipos de combinações de cimento resinoso: BisGMA / TEGDMA e BisGMA / TEGDMA / UDMA (n = 10). Metade dos palitos foram testados após 24 h e a outra metade após 6 meses de armazenamento em água. Os dados foram avaliados usando ANOVA três fatores e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). As amostras foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura de emissão de campo (FE-SEM) para caracterizar o padrão de rugosidade da superfície. De acordo com as imagens foi observado que o aumento da concentração de HF de 1 para 5 e depois para 10% levou ao aumento da remoção da matriz vítrea e à maior exposição dos cristais de dissilicato de lítio. A concentração de HF a 10% produziu maior resistência de união quando comparada com 1% para a formulação BisGMA / TEGDMA ($p < 0,05$); enquanto HF 1% e 5% apresentaram valores similares de resistência de união quando comparados a 10% HF para matriz de resina BisGMA / TEGDMA / UDMA ($p > 0,05$) em ambos os tempos de armazenamento. O envelhecimento da água diminuiu os valores de resistência de união ($p < 0,05$), exceto quando 10% HF foi associado ao cimento resinoso BisGMA / TEGDMA. Na avaliação de 24 h verificou-se uma predominância de falha adesiva, coesiva em cerâmica e mista. Após 6 meses, houve uma prevalência de falha mista para todos os grupos testados e uma diminuição nas falhas coesivas na dentina para os grupos condicionados com 5% de HF.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo foi avaliar a influência do tratamento de superfície com plasma não térmico de argônio na resistência de união ao esmalte, dentina e a cerâmica de dissilicato de lítio. E através de espectroscopia de infravermelho e cromatografia gasosa a observação dos compostos orgânicos e inorgânicos formados ou alterados.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Delineamento Experimental

Unidade Experimental:

- 240 espécimes bovinos: 150 de esmalte e 90 de dentina
- 150 espécimes de dissilicato de lítio

Substratos:

- Esmalte
- Dentina
- Dissilicato de lítio

Tempo de aplicação do PLA (esmalte/dissilicato de lítio):

- 30 segundos
- 1 minuto

Fatores em Estudo:

- Tratamentos de superfície – 3 níveis

Ácido: condicionamento ácido

PLA: aplicação de plasma

Ácido + PLA: condicionamento ácido da superfície + aplicação de PLA

Variáveis-resposta:

- Alteração na resistência de união, e alterações químicas no esmalte e dentina

Metodologias:

- Ensaio mecânico de microcisalhamento para mensuração da resistência de união, espectroscopia de infravermelho e cromatografia gasosa para a mensuração dos compostos formados ou alterados, e microscopia eletrônica de varredura para mensuração visual de alterações superficiais nos substratos estudados.

Desenho do estudo:

- Dividido em duas fases: I) a avaliação da resistência de união aos substratos: esmalte, dentina e cerâmica de dissilicato de lítio, tratados com PLA; II) a avaliação observacional das alterações orgânicas e inorgânicas nos substratos dentais.

4.2 Aspectos éticos

O presente estudo usou amostras de esmalte e dente bovino de origem bovina. Por determinação da Lei nº11.794 de 08/10/2018 – Lei “Arouca”, não é necessária submissão do projeto para análise do comitê de ética em pesquisa com animais, por se tratar de uma pesquisa que envolve o uso de dentes bovinos como substrato comercialmente viável e não o uso de vertebrados.

4.3 Fase I: resistência de união

Foram selecionados os três cimentos citados no quadro 1 e a adesão ao

substrato dental: esmalte e dentina; e ao material restaurador: cerâmica IPS e.max (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Quadro 1 - Cimento, fabricante e composição

Cimento	Fabricante	Composição
Variolink Esthetic LC (fotoativado)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	- Monômero: Dimetacrilato de uretano, monômeros de metacrilato - Carga Inorgânica (0,04-0,2 μm): Trifluoreto de itérbio e óxidos mistos esferoidais. 38% em volume - Fotoiniciador Ivocerin: Compostos de germânio, bis(4-metoxibenzoil), diethyl germane Ge-3
Variolink Esthetic N (dual)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	- Monômero: Bis-GMA, dimetacrilato de uretano, dimetacrilato de trietilenoglicol - Carga Inorgânica (0,04-3,0 μm): Vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio e óxidos mistos esferoidais. 43-47% em volume - Fotoiniciador Ivocerin: Compostos de germânio, bis (4-metoxibenzoil), diethyl germane Ge-3
Panavia V5 (dual)	Kuraray Noritake Dental International, Okayama, Japan	- Monômero: Pasta A: MDP, Bis-GMA, TEGDMA, dimetacrilato aromático hidrofóbico, HEMA. Pasta B: dimetacrilato aromático hidrofóbico, dimetacrilato alifático hidrofóbico. - Carga Inorgânica (0,02-20 μm): Partículas de vidro de bário silanizado, sílica coloidal silanizada. 40% em volume - Fotoiniciador: Canforoquinona

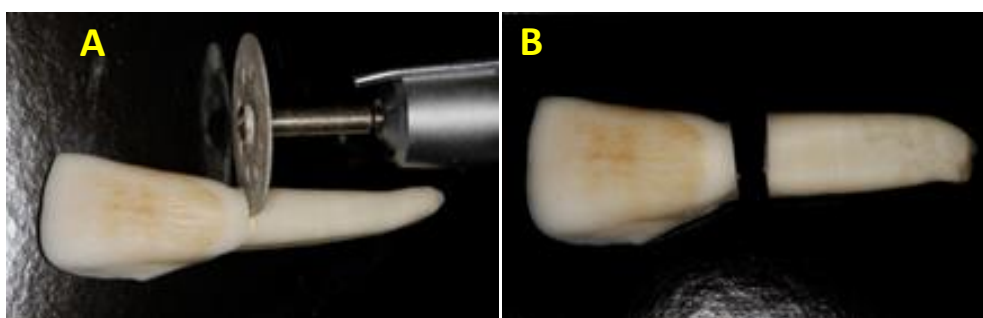
Legenda: BisGMA: Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato, MDP: 10-Metacrilóiloxidecil TEGDMA: Dimetacrilato de trietilenoglicol, HEMA: 2-hidroxietil metacrilato.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.1 Adesão ao substrato dental

Foram selecionados duzentos e quarenta dentes bovinos obtidos de animais recém-abatidos, com idade entre 2 a 4 anos. Após a extração, os dentes foram limpos com lâminas de bisturi e armazenados em solução salina contendo 0,1% de timol a 4 °C e usados dentro de duas semanas. Os dentes foram cortados transversalmente ao seu longo eixo, abaixo da junção amelocementária, para remoção da raiz, com disco diamantado de dupla face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil). Somente a porção coronária foi utilizada (Figura 1A e 1B).

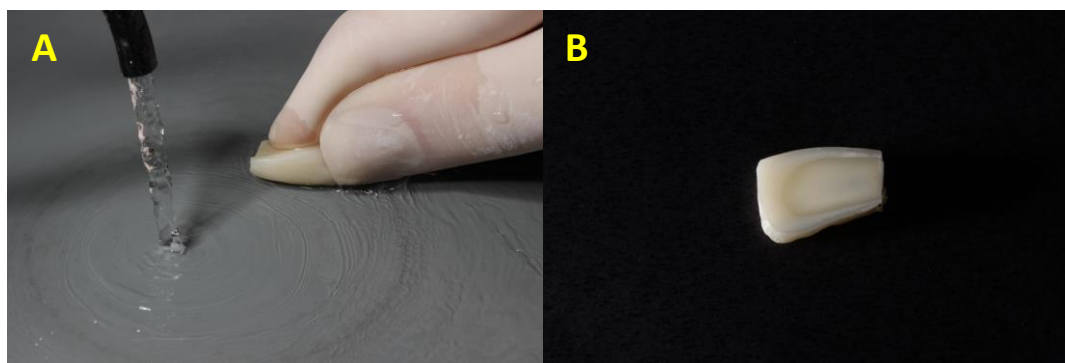
Figura 1 – Secção dos espécimes



Fonte: Elaborada pelo autor.

Após a remoção da porção radicular, os espécimes foram divididos de acordo com o substrato de preparo: esmalte (n=150) e dentina (n=90). A superfície da face vestibular foi planificada, empregando uma lixa d'água de granulação P600 (Fepa-P, Panambra, São Paulo, SP, Brasil), acoplado a uma politriz circular (DP-10, Panambra, São Paulo, SP, Brasil) até a obtenção do substrato necessário: esmalte ou dentina (Figura 2A e 2B).

Figura 2 – Desgaste na superfície da face vestibular



Legenda: A) desgaste do esmalte; B) exposição da dentina.

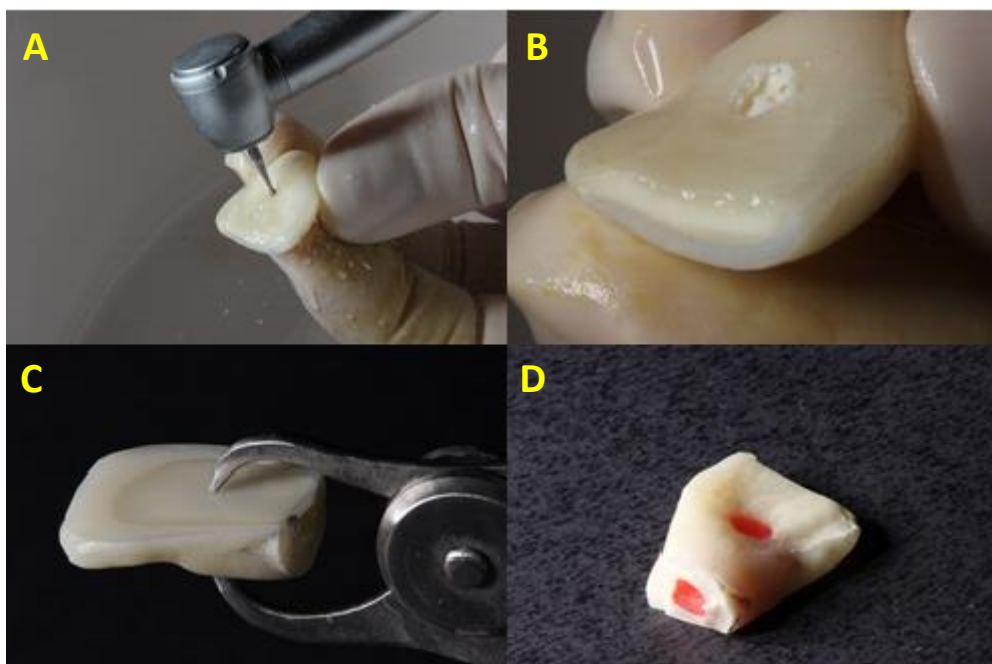
Fonte: Elaborada pelo autor.

Na face lingual, na região de cingulo, foi realizada uma abertura coronária através do uso de uma ponta diamantada esférica 1016 (KG Sorensen, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) possibilitando a mensuração e a padronização da espessura dentinária (Figura 3A e 3B). A remoção da polpa foi feita com o auxílio de curetas e limas endodônticas através do orifício radicular criado e a limpeza da câmara pulpar foi complementada com lavagem e secagem com jatos de ar/água da seringa tríplice.

Devido às diferentes características da dentina (como as variações de diâmetro, de orientação e de densidade dos túbulos dentinários), sua espessura remanescente foi padronizada em aproximadamente 2,0 mm, mensurada em um espessímetro (Golgran, São Caetano do Sul, SP, Brasil) pela introdução de uma das pontas através do acesso pela face lingual e a outra posicionada sobre a superfície dentinária (Figura 3C).

Em seguida, a câmara pulpar foi preenchida com cera utilidade (Technew, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) (Figura 3D).

Figura 3 – Padronização da espessura dentinária

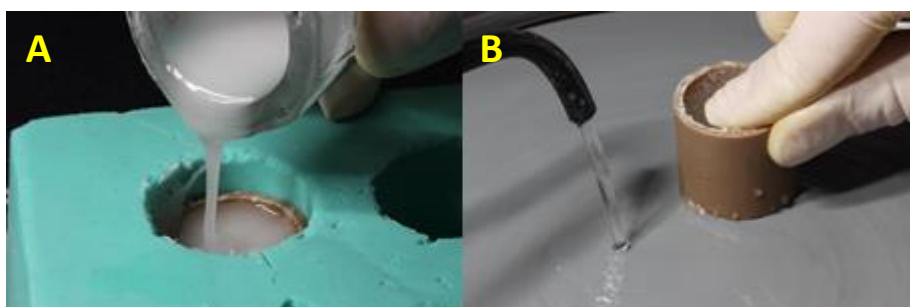


Legenda: A) abertura coronária; B) localização da abertura por lingual; C) mensuração da espessura dentinária; D) câmara pulpar preenchida com cera utilidade.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Em seguida, os espécimes foram embutidos em um cano de PVC de 25 mm em resina acrílica transparente ativadas quimicamente (Jet-Clássico, São Paulo, SP, Brasil) em um molde de silicone de formato cilíndrico. Foram posicionados no interior do molde com a superfície de cimentação voltada para o fundo do molde (Figura 4A). Após a presa final da resina, os cilindros obtidos foram polidos na politriz circular (Fepa-P, Panambra, São Paulo, SP, Brasil) seguindo os seguintes protocolos para planificar e padronizar a textura da superfície: esmalte e dentina com lixa P600 por 30 segundos (Pashley et al., 1995)(Figura 4B). Os espécimes polidos foram imersos em água destilada em banho ultrassônico, durante 10 min (Ultrasonic Cleaner, Odontobrás, Ribeirão Preto, SP, Brasil) para remover qualquer resíduo ou contaminante da superfície.

Figura 4 – Obtenção dos espécimes embutidos



Legenda: A) espécime embutido em tubo de PVC com resina acrílica; B) polimento na politriz.
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3.1.1 Distribuição Experimental

As amostras de dente bovino foram divididas de acordo com o substrato: esmalte ($n=150$) e dentina ($n=90$). Em seguida, subdividas de acordo com o cimento ($n_{\text{total}}=80$ para cada, sendo $n_{\text{esmalte}}=50$ e $n_{\text{dentina}}=30$) e na sequência com a condição do tratamento de superfície ($n=10$).

Sendo denominados os tratamentos de superfície: A (ácido), P (plasma) e AP (ácido + plasma), conforme o Quadro 2.

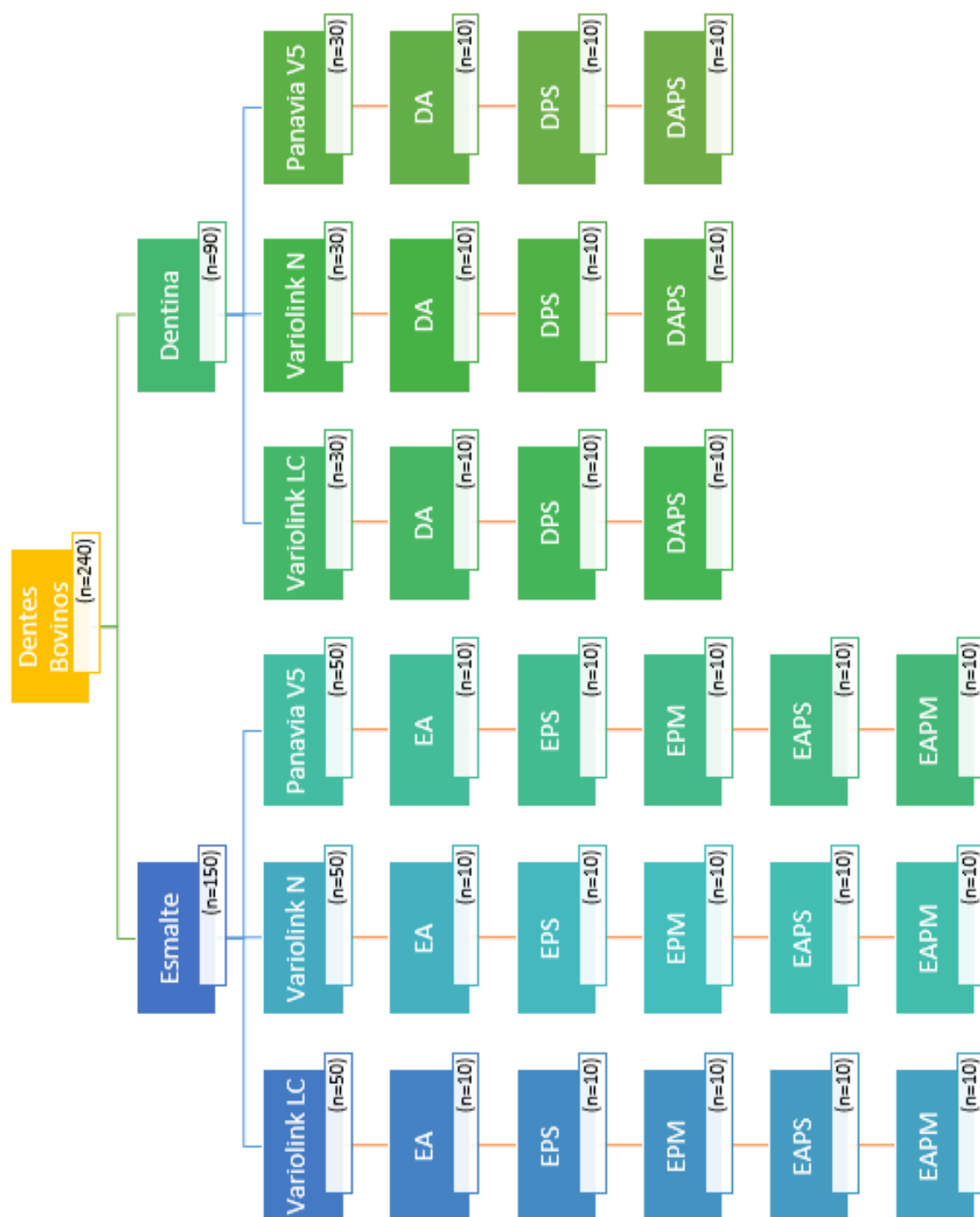
Quadro 2 - Distribuição experimental para substrato dentinário

GRUPO	SUBSTRATO	TRATAMENTO
EA	Esmalte (n=10)	Ácido fosfórico 37% por 30 s
DA	Dentina (n=10)	Ácido fosfórico 37% por 15 s
EPS	Esmalte (n=10)	Plasma por 30 s
EPM	Esmalte (n=10)	Plasma por 1 min
DPS	Dentina (n=10)	Plasma por 30 s
EAPS	Esmalte (n=10)	Ácido fosfórico 37% por 30 s + Plasma por 30 s
EAPM	Esmalte (n=10)	Ácido fosfórico 37% por 30 s + Plasma por 1 min
DAPS	Dentina (n=10)	Ácido fosfórico 37% por 15 s + Plasma por 30 s

Fonte: Elaborado pelo autor.

O fluxograma de distribuição experimental de acordo com os cimentos está na Figura 5.

Figura 5 – Fluxograma distribuição experimental dentes bovinos



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3.2 Adesão a cerâmica de dissilicato de lítio

Os espécimes foram obtidos a partir blocos pré-sinterizados de cerâmica de dissilicato de lítio, IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent, Schann, Liechtenstein), de tamanho C14 (12 mm x 14 mm x 18 mm), e HT (Alta translucidez) (Figura 6).

Cento e cinquenta lâminas com as dimensões de 14 mm de comprimento, 12 mm de largura e 0,5 mm de espessura foram confeccionadas. Para a confecção dos espécimes, os blocos cerâmicos foram fatiados em uma cortadeira de alta precisão (IsoMet 1000, Buehler LTd., Lake Flud, IL, EUA), utilizando disco de corte diamantado Extec High Concentration Modelo 12205 (Extec, Enfield, CT, EUA) a uma velocidade de 300 rpm (Figura 7A, 7B e 7C).

O polimento de todos os espécimes obtidos foi realizado manualmente com lixa d'água de granulação P240, P400, P600 por 30 segundos e P1200 por 1 min (Fepa-P, Extec, Enfield, CT, EUA), acopladas a uma politriz circular (DP-10, Panambra, São Paulo, SP, Brasil) a uma velocidade de 600 rpm sob refrigeração constante com água (Vechiato Filho et al., 2014). A espessura final foi aferida utilizando um paquímetro digital (Starret, Itu, São Paulo, Brasil).

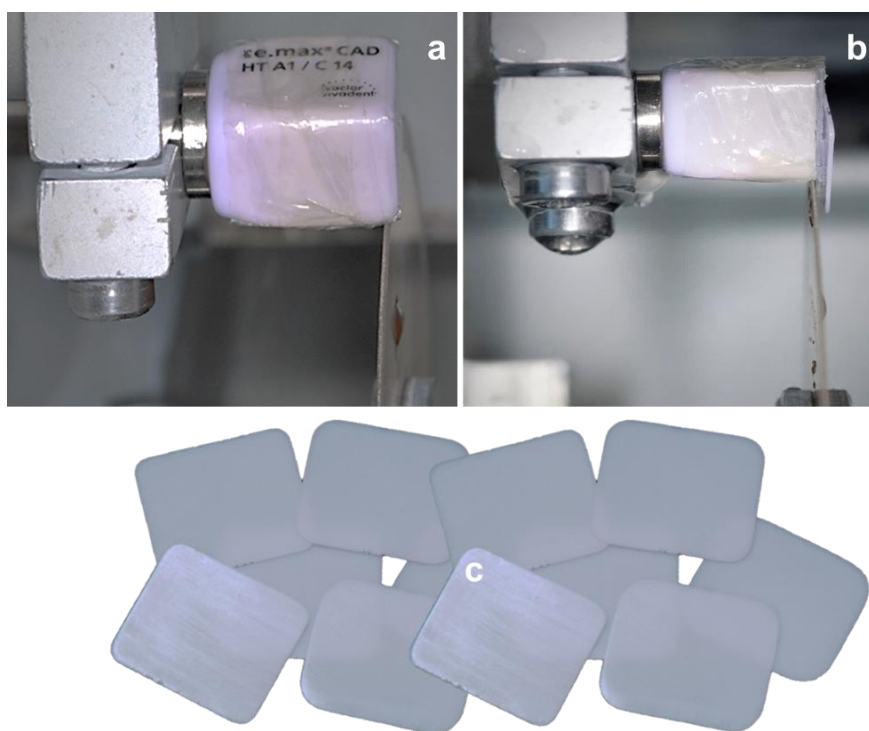
Os espécimes polidos foram imersos em água destilada em banho ultrassônico, durante 10 min (Ultrasonic Cleaner, Odontobrás, Ribeirão Preto, SP, Brasil) para remover qualquer resíduo ou contaminante da superfície cerâmica antes do processo de cristalização (Figura 8A e 8B).

Figura 6 – Blocos cerâmicos de dissilicato de lítio



Fonte: Elaborado pelo autor.

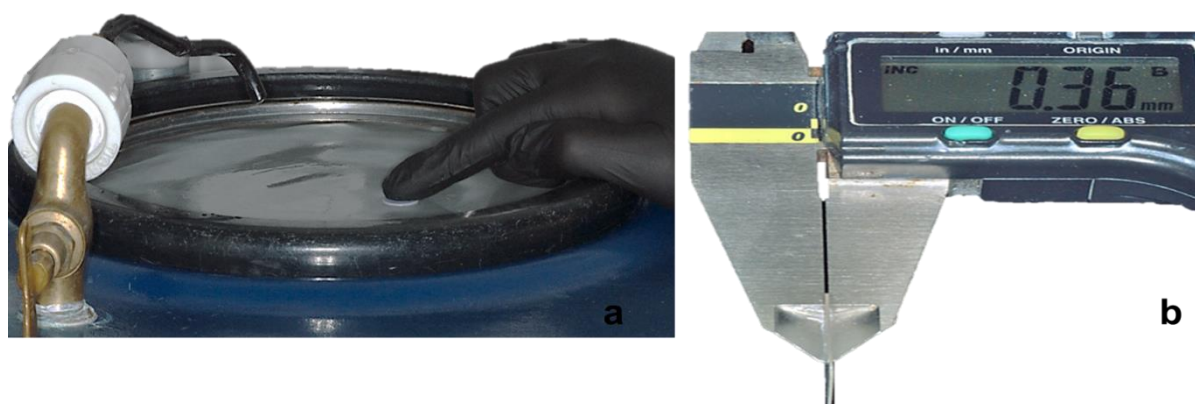
Figura 7 – Secção dos espécimes cerâmicos



Legenda: a) bloco cerâmico colocado em cortadeira de precisão IsoMet; b) corte dos espécimes cerâmicos; c) espécimes cerâmicos após o corte.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 8 – Polimento dos espécimes cerâmicos



Legenda: a) polimento dos espécimes em politriz; b) medida final do espécime após o corte e polimento.

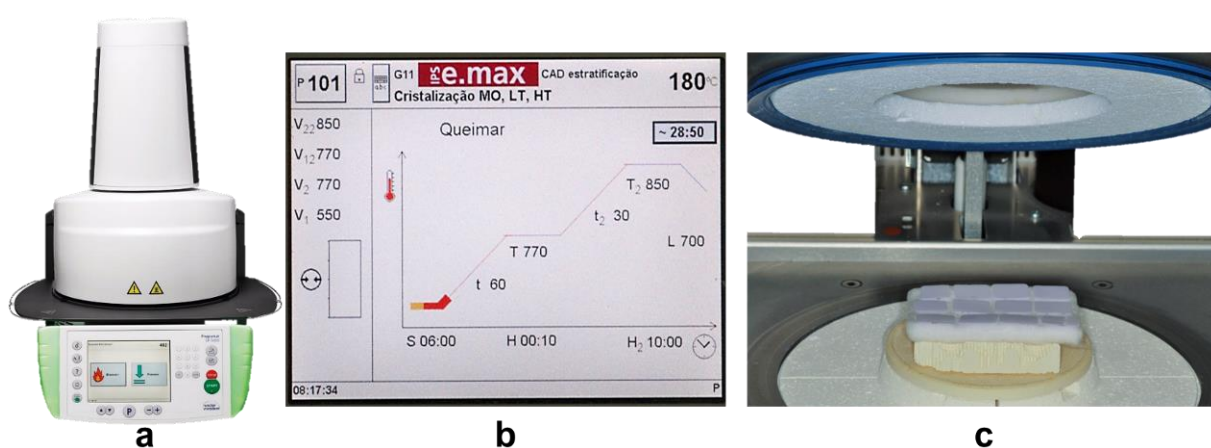
Fonte: Elaborado pelo autor.

Os espécimes obtidos foram levados ao interior do forno Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent) para o processo de cristalização da cerâmica, que confere a resistência final do material. Utilizando o programa específico de cristalização (P81), que regula a velocidade gradual de fechamento/abertura, bem como aquecimento e resfriamento. A temperatura para a cristalização da cerâmica foi de 840 °C, durante 25 a 30 min. Entre os espécimes e a base refratária, foi colocada uma esponja especial para evitar a deformação das finas lâminas (Figura 9A, 9B e 9C, Figura 10A e 10B).

Os espécimes finais cristalizados foram embutidos em tubos de policloreto de vinil (PVC). Esses tubos foram posicionados num molde de silicone industrial, (Rhodorsil/Artigos Odontológicos Clássicos, Campo Limpo Paulista, São Paulo, Brasil) de formato cilíndrico com medidas internas de 2,0 cm de altura e 2,0 cm de diâmetro; para permitir um melhor paralelismo entre as superfícies do tubo de PVC e a lâmina. Uma face da lâmina de cerâmica de dissilicato de lítio foi posicionada dentro do tubo de PVC sobre a matriz de silicone que posteriormente foi totalmente preenchido com resina acrílica

quimicamente ativada incolor (Jet, Artigos Odontológicos Clássicos, São Paulo, SP, Brasil) durante sua fase pegajosa; de forma que a lâmina ficou sobre a superfície de um dos lados do bloco de resina (Figura 11 A e B). Após esse procedimento, o conjunto foi imerso em água para evitar o aumento da temperatura devido à reação exotérmica do acrílico e evitar alterações na estrutura e/ou superfície cerâmica. Finalizada a polimerização da resina acrílica os espécimes foram retirados do molde e armazenados a temperatura ambiente (Figura 12).

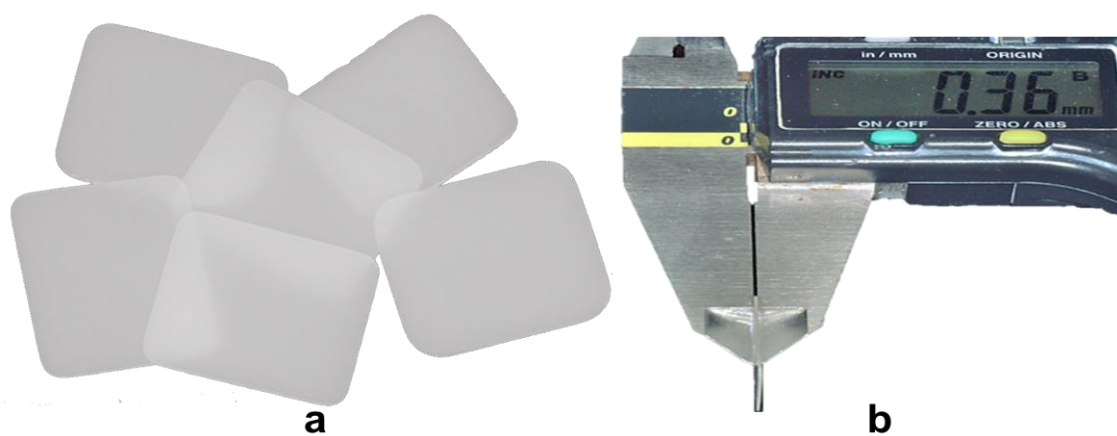
Figura 9 – Cristalização dos espécimes cerâmicos



Legenda: a) forno Programat EP 5000; b) programa para cristalização das cerâmicas; c) espécimes colocados no forno para a cristalização.

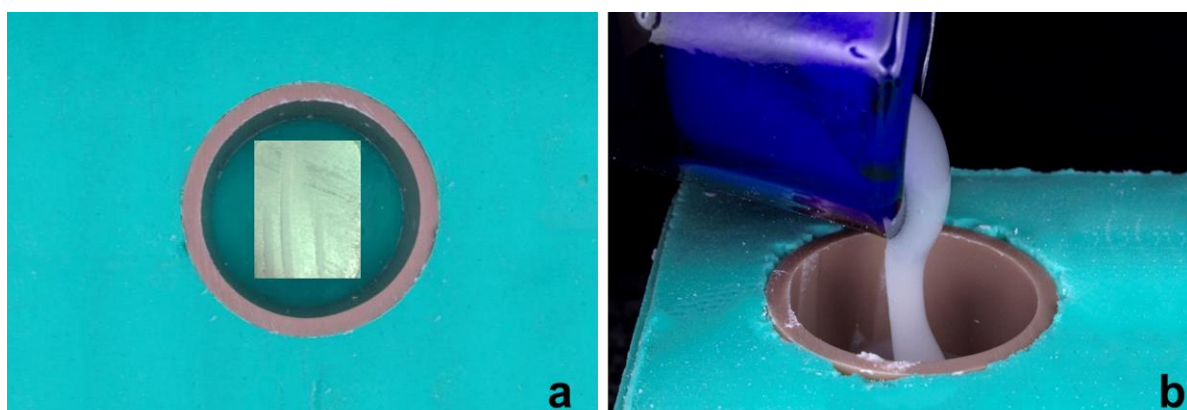
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 10 – Espécimes cerâmicos finais



Legenda: a) espécimes cerâmicos cristalizados; b) medidas finais dos espécimes cristalizados.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 11 – Embutimento dos espécimes cerâmicos



Legenda: a) tubo de PVC colocado no molde de silicone para obtenção de paralelismo das superfícies;
b) preenchimento com resina acrílica com a lâmina de cerâmica posicionada em contato com a matriz de silicone.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 12 – Espécimes cerâmicos embutidos



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.2.1 Distribuição Experimental

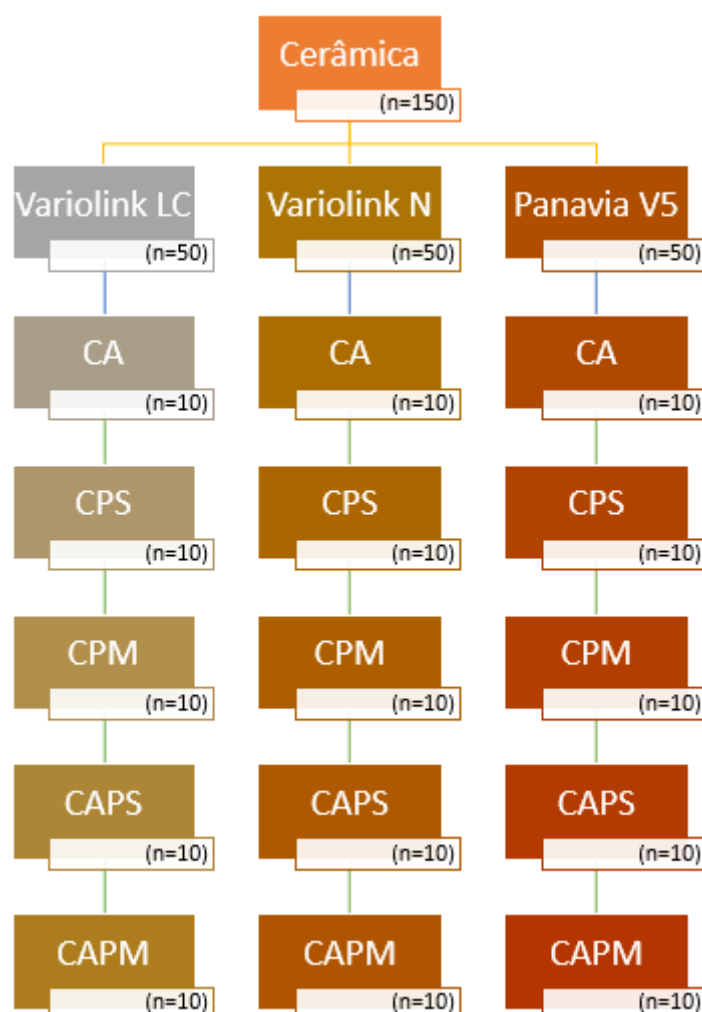
As amostras de cerâmica (n=150) foram divididas de acordo com cimento (n=50 para cada) e na sequência com a condição do tratamento de superfície (n=10). Sendo denominados os tratamentos de superfície: A (ácido), P (plasma) e AP (ácido + plasma), conforme o quadro 3. O fluxograma de distribuição experimental de acordo com os cimentos está na Figura 13.

Quadro 3 - Distribuição experimental de cada cimento para cerâmica

GRUPO CERÂMICA	TRATAMENTO
CA	Ácido fluorídrico a 5% por 20 s
CPS	Plasma por 30 s
CPM	Plasma por 1 min
CAPS	Ácido fluorídrico a 5% por 20 s + Plasma por 30 s
CAPM	Ácido fluorídrico a 5% por 20 s + Plasma por 1 min

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 13 – Fluxograma distribuição experimental dentes bovinos



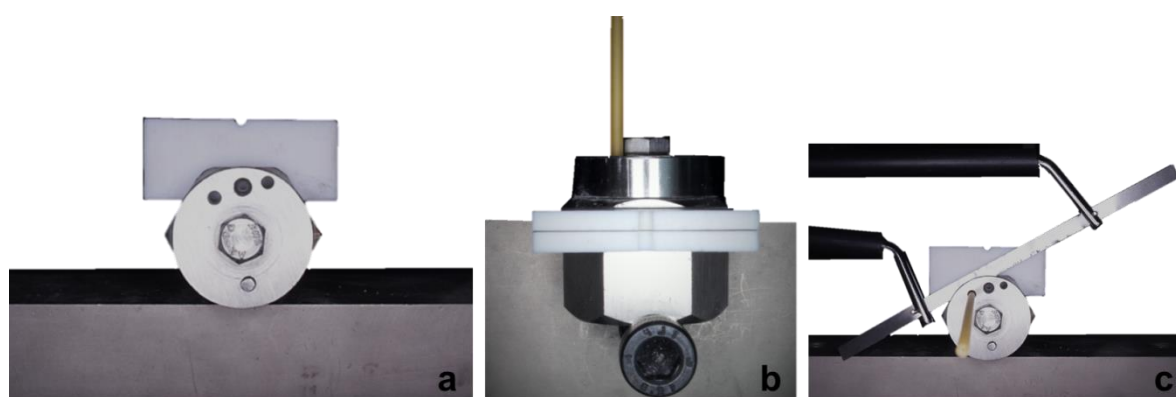
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.3 Procedimento adesivo

Foram fabricadas matrizes cilíndricas utilizando macarrão perfurado (Figura 14A, 14B e 14C). As matrizes tiveram seu volume interno preenchido cuidadosamente com o cimento, e fotoativado por 40 s com aparelho LED

fotopolimerizador (Bluephase N- Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com intensidade de 1200 mW/cm^2 . Depois de 48 h de armazenamento dos espécimes em água destilada (37°C), as matrizes e fita foram cuidadosamente removidas para expor os cilindros de cimento resinoso ($0,85 \text{ mm} \times 1,5 \text{ mm}$).

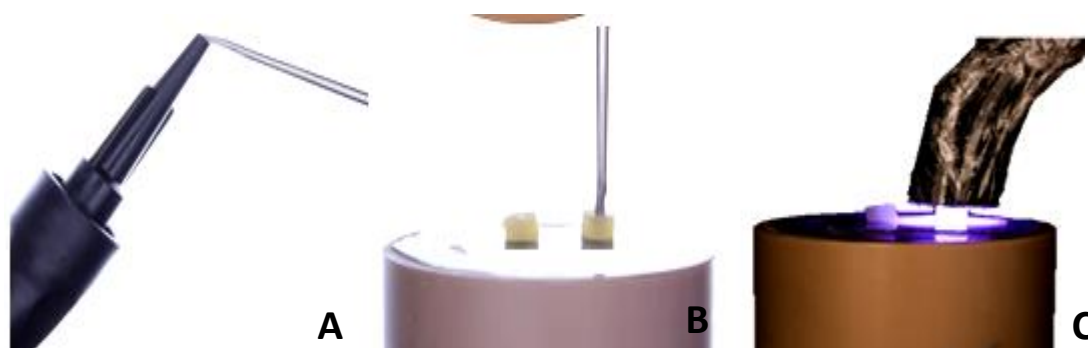
Figura 14 – Confecção matriz de macarrão



Legenda: A) dispositivo para corte do macarrão; B) macarrão em posição para corte; C) lixa cortando macarrão e obtenção do cilindro com 1 mm.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 15 – Confecção dos cilindros de cimento resinoso



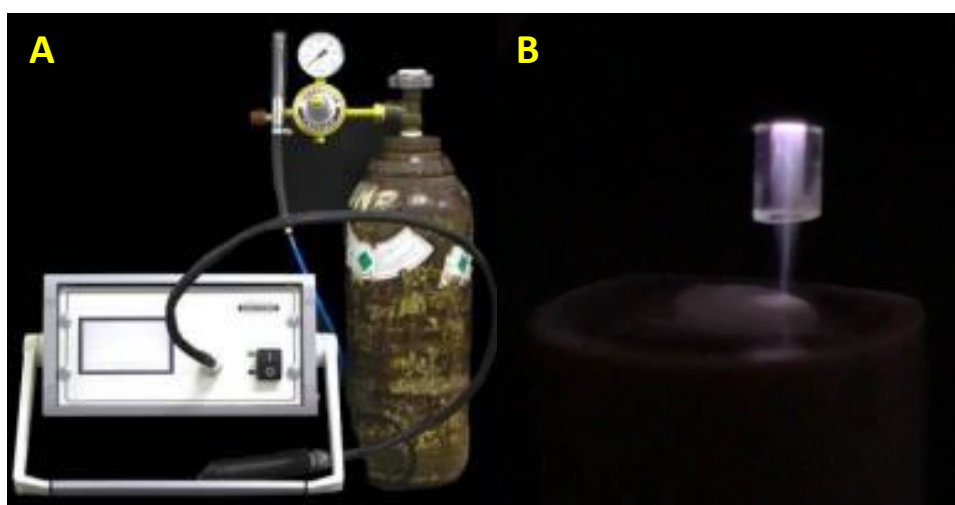
Legenda: A) cimento resinoso; B) preenchimento das matrizes com cimento resinoso; C) fotopolimerização do cimento.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.4 Uso do plasma não térmico de argônio

O equipamento utilizado foi o Plasma de Superfície modelo SAP para aplicação em laboratório (Surface – Engenharia e Soluções de Plasma LTDA, Campinas, SP, Brasil), a temperatura ambiente (22 °C). Foi empregado o gás argônio a uma taxa de fluxo de massa de 1 L/min. (Praxair 4.8, White Martins Gases Ind. S. A., Rio de Janeiro, RJ, Brasil), que gera um fecho de emissão de plasma de 20 mm de comprimento. O bocal da cânula de emissão do plasma foi colocado a uma distância de 10 mm das superfícies que receberão o tratamento com um tempo de exposição de 30 s e 1 min para esmalte, 30 s para dentina e 1 min para superfície da cerâmica (Figura 16A). O plasma foi incidido verticalmente à superfície no ato da aplicação e o fecho movimentado sobre a área a ser tratada (Figura 16B).

Figura 16 – Equipamento plasma não térmico de argônio



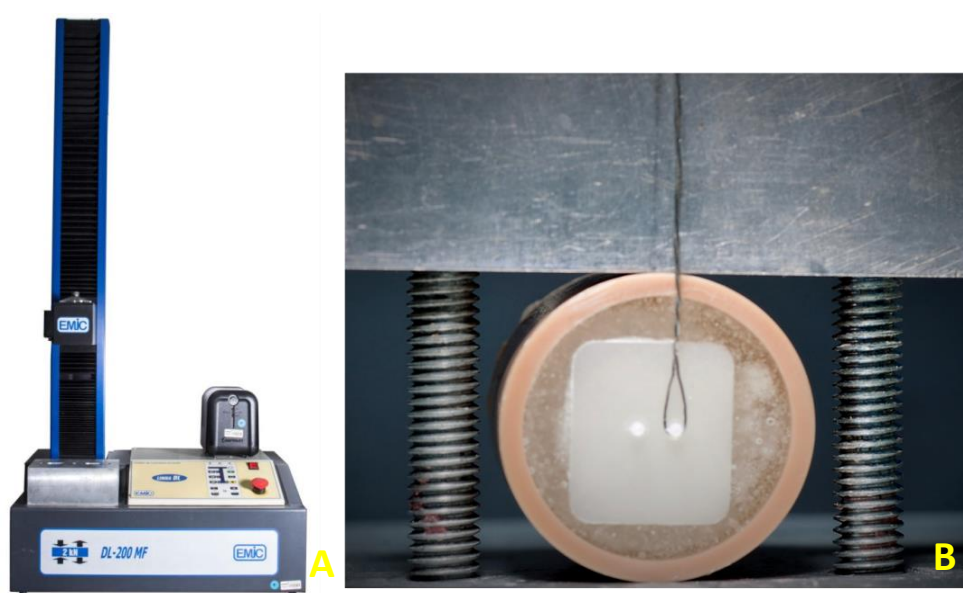
Legenda: A) dispositivo plasma de superfície modelo SAP; B) aplicação na superfície do substrato.
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3.5 Avaliações

4.3.5.1 Ensaio de resistência de união ao microcisalhamento

Os espécimes foram adaptados a um dispositivo para ensaio de resistência de união ao microcisalhamento acoplado à máquina de ensaios mecânicos (EMIC 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil), com célula de carga de 10 Kgf. O carregamento foi realizado com velocidade de 1 mm/min até a fratura dos espécimes. A resistência de união ao microcisalhamento foi calculada dividindo-se a força máxima registrada durante o ensaio (em N) pela área de união (em mm²) e expressa em MPa. A área de união considerada foi de 0,57 mm² (Figura 17A e 17B).

Figura 17 – Ensaio de resistência ao microcisalhamento



Legenda: A) máquina de ensaios mecânicos; B) posicionamento do cilindro para teste.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3.5.2 Análise das fraturas

Após a realização do teste de microcisalhamento, os espécimes ensaiados foram analisados em estereomicroscópio (Discovery V20, ZEISS, Oberkochen, Alemanha). A região da fratura de cada espécime foi analisada e classificada conforme a classificação proposta por Della Bonna et al. (2003), quadros 4 e 5.

Quadro 4 - Classificação dos tipos de fratura para adesão ao substrato dentinário

Classificação	Descrição
Adesiva	Representada prevalentemente pela falha na interface entre cimento e substrato dentinário
Coesiva em cimento	Representada prevalentemente pela fratura coesiva do cimento
Coesiva em substrato dentinário	Representada prevalentemente pela fratura coesiva do substrato dentinário
Mista	Quando não houver predominância de qualquer tipo de falha

Fonte: Elaborado pelo autor.

Quadro 5 - Classificação dos tipos de fratura para cerâmica

Classificação	Descrição
Adesiva	Representada prevalentemente pela falha na interface entre cimento e cerâmica
Coesiva em cimento	Representada prevalentemente pela fratura coesiva do cimento
Coesiva em cerâmica	Representada prevalentemente pela fratura coesiva da cerâmica
Mista	Quando não houver predominância de qualquer tipo de falha

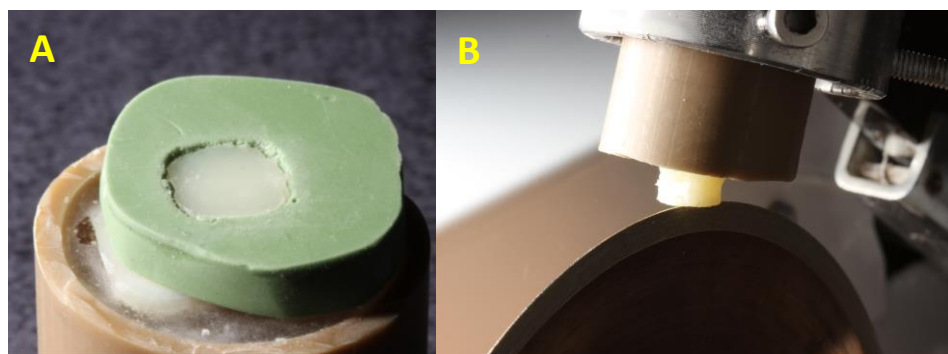
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.5.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia seguiu duas metodologias distintas. A primeira foi analisada as superfícies dos substratos posterior as fraturas dos palitos provenientes do teste de microcisalhamento.

A segunda foi obtida espécimes de esmalte e dentina (seguindo a metodologia já descrita) e na sequência, os protocolos de tratamento de superfície propostos nesse estudo, e então confeccionadas restaurações com o cimento resinoso inserido em incremento único através de uma matriz siliconada e fotoativado por 40 s com aparelho LED fotopolimerizador (Bluephase N-Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com intensidade de 1200 mW/cm². Depois de 48 h de armazenamento dos espécimes em água destilada (37 °C), foram seccionados transversalmente, e cada metade polida em lixa d'água de granulação P1200 e P2400 por 30 s, acopladas a uma politriz circular a uma velocidade de 600 rpm sob refrigeração constante com água; com esse preparo foi possível a análise da interface adesiva (Figura 18A e 18B).

Figura 18 – Obtenção espécime para microscopia da interface adesiva

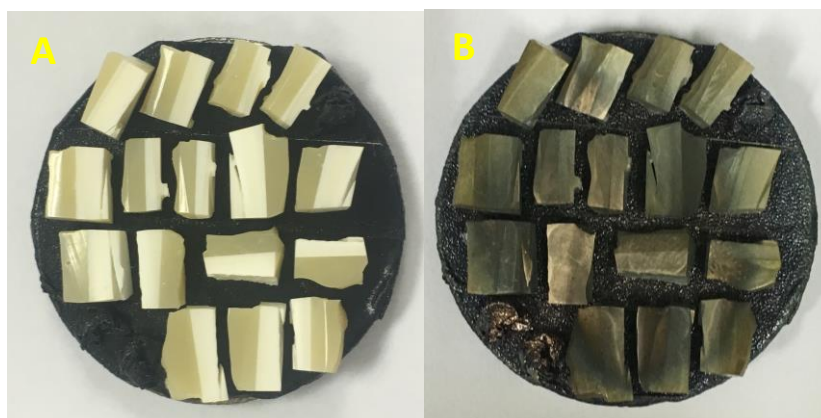


Legenda: A) confecção do espécime através da matriz siliconada; B) posicionamento para corte transversal.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Para ambas metodologias, a superfície de interesse foi condicionada com ácido fosfórico 37% sem sílica por 15 s. Os espécimes foram mantidos em uma campânula à vácuo contendo sílica para desidratação, e em seguida foram montados em stubs de alumínio e submetidos à metalização (Emitech 5C7620, Fountain Inn, South Carolina, USA) através da deposição de liga de ouro (Figura 19A e 19B).

Figura 19 – Obtenção espécime para microscopia da interface adesiva



Legenda: A) confecção do espécime através da matriz siliconada; B) posicionamento para corte transversal.

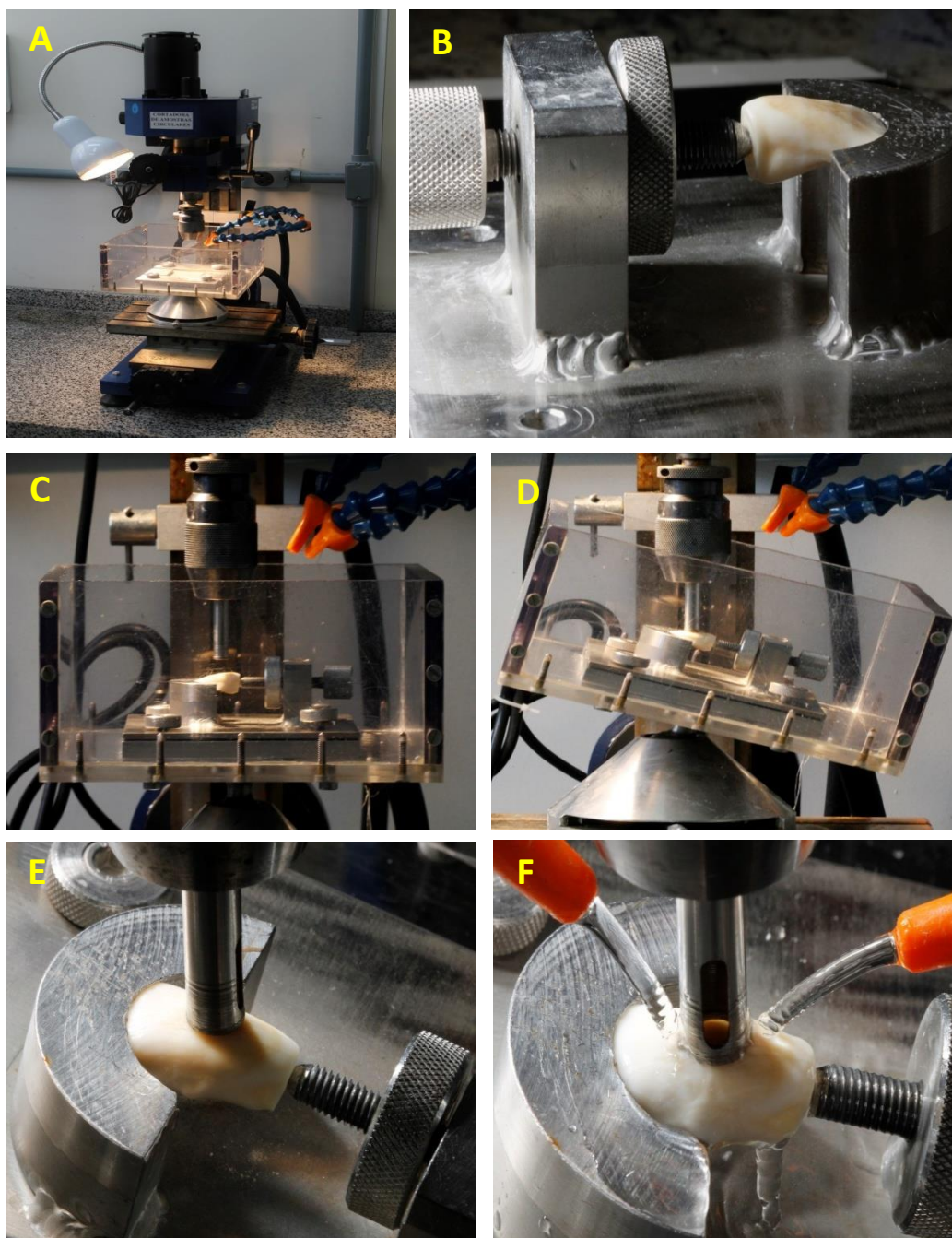
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.4 Fase II: avaliação dos substratos dentais

Para obtenção de amostras circulares de dimensões padronizadas foi utilizada a “Máquina para Corte de Amostras Circulares”, desenvolvida pelo professor Dr. Carlos Rocha Gomes Torres (Figura 20A). Os dentes foram estabilizados na morsa de fixação, ao qual era posicionada dentro do recipiente

de coleta de fluídos (Figura 20B). O recipiente de coleta foi conectado a uma articulação esférica que permite o alinhamento da superfície plana, no centro da face vestibular, perpendicularmente ao longo eixo da ponta diamantada tipo trefina, com 6,0 mm de diâmetro interno e margens recobertas com diamante aglutinado (Figura 20C e 20D). A ponta diamantada foi colocada em movimento e deslocada no sentido vertical, com abundante irrigação (Figura 20E e 20F).

Figura 20 – Obtenção de amostras circulares

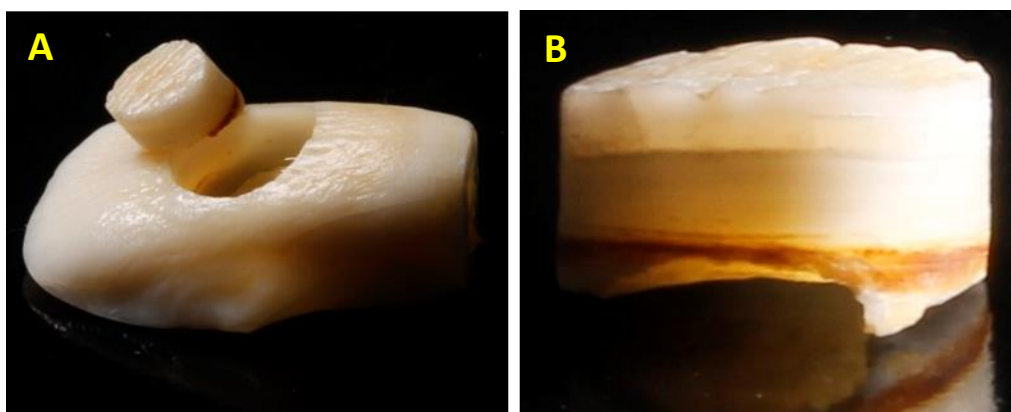


Legenda: A) Máquina de corte de amostras circulares (UNESP- São José dos Campos); B) Morsa para fixação de dente bovino; C e D) Alinhamento da câmara de coleta de água para que a superfície vestibular do incisivo ficasse perpendicular ao longo eixo da trefina; E e F) Corte do espécime circular.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Após o término do corte, fragmentos com diâmetro exato de 6,0mm foram removidos do remanescente dental (Figura 21A e 21B).

Figura 21 – Amostras circulares de dente bovino

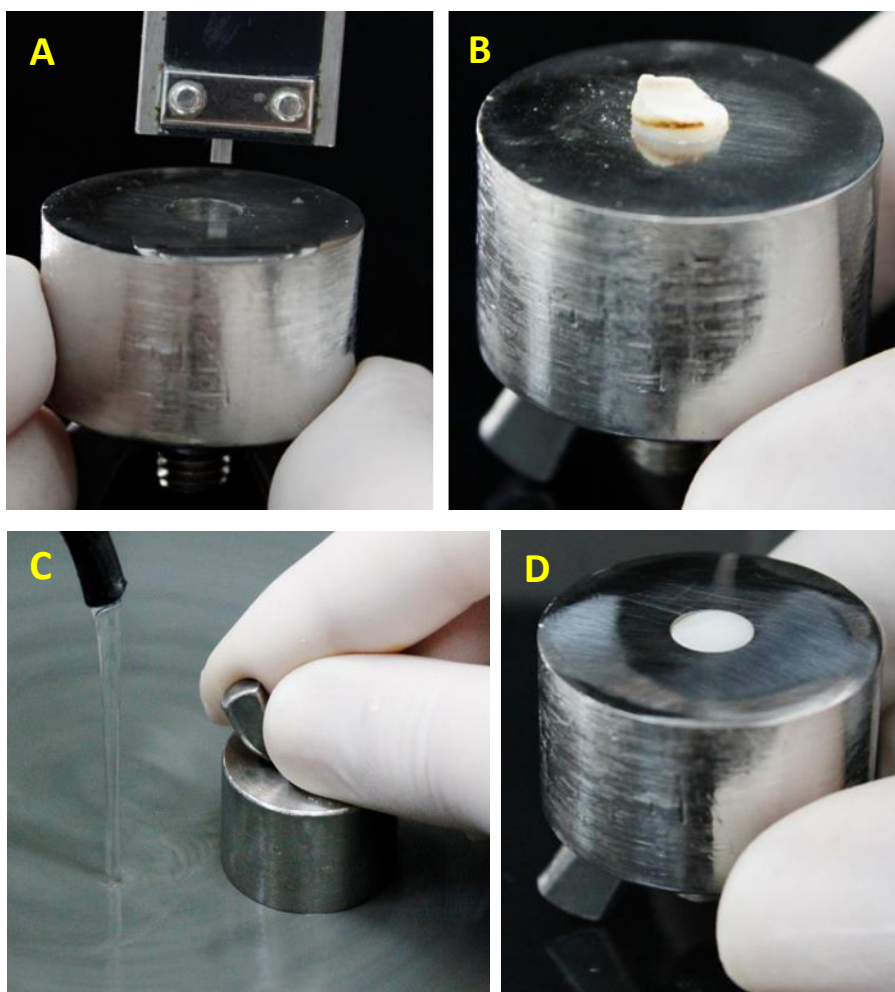


Legenda: A e B) Fragmentos com diâmetro exato de 6,0 mm.
Fonte: Elaborado pelo autor.

A espessura do esmalte e da dentina foi padronizada posicionando-se o espécime num dispositivo metálico para desgaste que possui uma perfuração de tamanho ligeiramente maior que o espécime, e um parafuso que permite o ajuste da profundidade do orifício, o qual foi ajustado em 1 mm, utilizando-se um paquímetro digital (Starret, Itu, São Paulo, Brasil) (Figura 22A). Os espécimes foram posicionados neste dispositivo de tal forma que o substrato de escolha ficasse voltado para baixo. Sendo assim, o excesso permaneceu fora do orifício e foi desgastada em uma lixa d'água de granulação 1200 (Fepa-P, Panambra, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 22B), acoplada a uma politriz circular (DP-10, Panambra, São Paulo, SP, Brasil). Feito este desgaste, o dispositivo foi ajustado então os espécimes foram posicionados com o substrato escolhido voltado para a para fora, o qual foi polido com lixa d'água de granulação 2500 e 4000 (Fepa-P, Panambra, São Paulo, SP, Brasil), por 20 s (Figura 22C e 22D), restando assim

espécimes de esmalte e dentina com 1,0 mm de espessura para cada tecido.

Figura 22 – Polimento e padronização dos substratos dente bovino



Legenda: A) Paquímetro digital padronizando espessura do orifício no dispositivo metálico; B) Posicionamento do espécime no orifício, excesso se projetando além da superfície; C e D) Desgaste na politriz.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.4.1 Distribuição experimental

A distribuição dos espécimes de cada substrato dental com os

tratamentos de superfície está demonstrada na Figura 23.

Para o esmalte: grupo controle, onde as superfícies não receberam nenhum pré tratamento; grupo ácido, 30 s; grupo plasma, 30 seg ou 1 min de aplicação; e grupo ácido+plasma, 30 s do ácido + 30 s ou 1 min de aplicação do plasma.

Para a dentina: grupo controle, onde as superfícies não receberam nenhum pré tratamento; grupo ácido, 15 s; grupo plasma, 30 s de aplicação; e grupo ácido+plasma, 15 s do ácido + 30 s de aplicação do plasma.

Figura 23 – Fluxograma de distribuição experimental



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.4.2 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

As análises de alterações na matéria orgânica nos substratos dentais foram analisadas através da espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) considerado um método simples, direto, flexível e sensível para amostras que contém componentes complexos. Foi realizada com a técnica de reflectância atenuada (UATR) no intuito de conhecer os tipos de ligações químicas entre os átomos presentes nos componentes orgânicos dos cimentos.

A técnica consiste na coleção da radiação refletida da interface entre o material e o prisma ou cristal (ATR)², evidenciando a transformação das duplas ligações de carbono (C=C) na faixa de intensidade de 1637 cm^{-1} em ligações simples (C-C), na faixa de 1608 cm^{-1} .

Foi utilizado um espectrofotômetro Frontier (Perkin Elmer, Waltham, Massachusetts, EUA), resolução 4 cm^{-1} ganho 50 varreduras. Uma amostra de cada substrato foi depositada sobre o cristal ATR do equipamento FTIR, e na sequência os protocolos de tratamento de superfície com: ácido, plasma, e ácido+plasma.

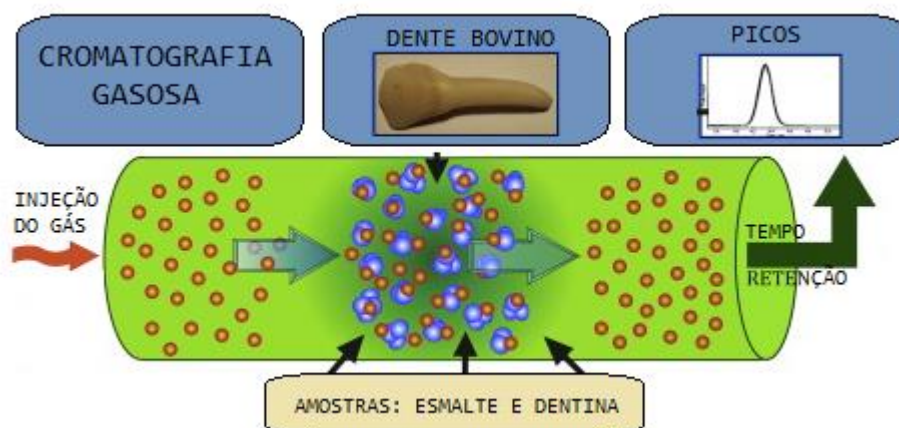
4.4.3 Cromatografia gasosa/espectrometria de massas (MDGC/GCMS)

A cromatografia é um método físico-químico de separação dos componentes de uma mistura, constituído de duas fases em contato íntimo: uma fase que permanece estacionária durante todo o processo, enquanto que a outra move-se através dela. Quando a fase móvel é um gás, o método é denominado Cromatografia em Fase gasosa, sendo que, neste caso, a fase estacionária poderá ser tanto um sólido quanto um líquido disperso sobre um suporte inerte. A amostra, por meio de um sistema de injeção, é introduzida em uma coluna contendo a fase estacionária. O uso de temperaturas convenientes no local de

injeção da amostra e na coluna possibilita a vaporização dessas substâncias que, de acordo com suas propriedades e as da fase estacionária, são retidas por tempos determinados e chegam à saída da coluna em tempos diferentes. O uso de um detector adequado na saída da coluna torna possível a detecção e quantificação dessas substâncias.

A técnica de headspace (HS) estático é usada para análise de orgânicos voláteis e semi-voláteis em amostras sólidas, líquidas e gasosas. É uma técnica relativamente simples e de fácil aplicação. Na extração por HS, a amostra é normalmente colocada em um frasco selado e mantido em aquecimento até os compostos alcançarem o equilíbrio com a fase gasosa. A ilustração do procedimento de análise cromatográfica está na Figura 24.

Figura 24 – Fluxograma de distribuição experimental



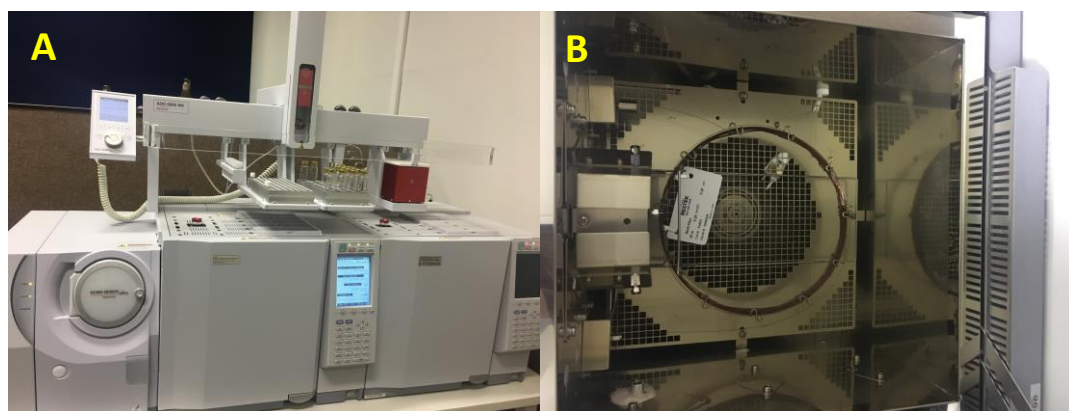
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.4.3.1 Procedimento analítico CG- HS- FID

As condições cromatográficas utilizadas neste trabalho foram injetoras

PTV e detector FID (detector de ionização de chama) em temperaturas de 280 °C. A programação de temperatura do forno foi inicialmente de 30 °C por 2 min, seguido de rampa de aquecimento a 5 °C/min até a temperatura final de 200 °C, mantida por 4 min. A coluna analítica utilizada na CG foi a coluna RTX-Wax (fase estacionária de 100% polietilenoglicol; 30 m, 0,25 mm, 0,25 µm). Como gás de arraste foi utilizado Hélio, fluxo de 1,0 mL/min (velocidade linear constante de 24,5 cm/s). As condições de headspace foram 2 g de amostra (em vial de 20 mL), com temperatura de incubação de 140 °C por 20 min. Foram injetados 1 mL da amostra usando uma razão de divisão de fluxo na ordem de 1:20 (Figuras 25A e 25B).

Figura 25 – Equipamento para cromatografia gasosa



Legenda: A) Equipamento para cromatografia e B) Coluna analítica localizada dentro do equipamento.
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.4.3.2 Metodologia CG- HS- MS

Inicialmente as amostras de 10,0 mL foram acondicionadas em frascos de headspace de 20,0 mL de capacidade. O frasco vedado foi agitado

vigorosamente por um min e mantido envolto em um bloco de alumínio aquecido em forno a 140°C por 20 min. Após este período de extração foram recolhidos 1,00 mL do ar confinado no frasco, por meio de uma seringa do tipo gas-tight previamente lavada com metanol e aquecida a 150°C, e em seguida injetado no cromatógrafo.

4.5 Análise estatística

Segundo a proposta deste estudo, as hipóteses de nulidade avaliadas foram:

H₀₁ – o tratamento de superfície com plasma não térmico de argônio não apresenta influência sobre a resistência de união nos substratos: esmalte, dentina e cerâmica de dissilicato de lítio;

H₀₂ – o tipo de cimento adesivo não apresenta influência sobre a resistência de união nos substratos: esmalte, dentina e cerâmica de dissilicato de lítio.

H₀₃ – o tratamento de superfície com plasma não térmico de argônio não modifica a estrutura orgânica e inorgânica dos substratos dentais.

4.5.1 Tamanho da amostra

Foi considerada uma amostra de dez espécimes para cada subgrupo. Power (poder) acima de 87% para o efeito interação entre três fatores

(tratamento de superfície/ cimento/ superfície); Alfa = 0,05 e um desvio padrão esperado de 0,05. Assim se considera que uma amostra de dez espécimes por grupo é a necessária para atingir esse fim, usando o modelo de análise de variância de acordo com o cálculo proposto por Chen (2013).

4.5.2 Análise dos dados

Os dados foram avaliados quanto à normalidade. E a estatística realizada por meio do programa STATISTICA. Para análise da resistência de união em esmalte e cerâmica foi realizado o teste ANOVA dois fatores, considerando o tempo e o protocolo de tratamento da superfície como fatores; e para análise da resistência de união em dentina foi realizado o teste ANOVA um fator, considerando o protocolo de tratamento da superfície como fator. A comparação entre os fatores para a avaliação das diferenças estatísticas foi realizada pelo Teste post-hoc de Tukey. Todos os testes empregados admitiram como nível de significância estatística 5%.

5 RESULTADO

Os dados obtidos por meio do teste de microcisolhamento para os substratos: esmalte e cerâmica foram submetidos à Análise de Variância 2 Fatores (Two-Way ANOVA), para o substrato dentina usamos à Análise de Variância 1 Fator (One-Way ANOVA). A comparação entre os fatores para a avaliação das diferenças estatísticas foi realizada pelo Teste post-hoc de Tukey. Todos os testes empregados admitiram como nível de significância estatística 5%.

5.1 Esmalte

De forma a melhorar a apresentação dos dados, os cimentos estão agrupados nas Tabelas a seguir, em toda a descrição deste capítulo. O agrupamento dos cimentos foi para simplificar a apresentação dos resultados, entretanto, eles não foram considerados uma variável nas estatísticas.

A Tabela 1 apresenta os resultados da ANOVA para os fatores: tempo e tratamento estudados para o esmalte.

Tabela 1 – Resultado ANOVA 2 fatores grupo esmalte

FATOR	CIMENTO	F	P
TEMPO	VARIOLINK LC	0,04	0,82
	VARIOLINK N	0,01	0,90
	PANAVIA V5	0,48	0,49
TRATAMENTO	VARIOLINK LC	2,08	0,13
	VARIOLINK N	0,89	0,41
	PANAVIA V5	1,80	0,17
TEMPO*TRATAMENTO	VARIOLINK LC	0,08	0,92
	VARIOLINK N	0,01	0,98
	PANAVIA V5	0,64	0,52

Legenda: * - $p < 0,05$ - Diferenças Estatísticas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Podem observar pela Tabela 1 que nenhum dos fatores apresentaram diferença estatisticamente significativa (valores de p).

As médias e os desvios-padrão das diferenças dos valores da resistência de união para cada um dos tratamentos de superfície estudados agrupando os cimentos avaliados estão na Tabela 2.

Tabela 2 – Valores de média e de desvio-padrão dos valores da resistência de união ao esmalte para cada um dos tratamentos de superfície estudados

TEMPO	TRATAMENTO	CIMENTO	Mpa
30 SEGUNDOS	A	VARIOLINK LC	16,96 (2,17)
		VARIOLINK N	24,65 (2,36)
		PANAVIA V5	21,15 (5,28)
	P	VARIOLINK LC	17,37 (2,15)
		VARIOLINK N	25,95 (2,47)
		PANAVIA V5	23,96 (5,01)
	AP	VARIOLINK LC	18,79 (1,76)
		VARIOLINK N	25,63 (2,00)
		PANAVIA V5	23,39 (4,52)
1 MINUTO	A	VARIOLINK LC	16,96 (3,49)
		VARIOLINK N	24,65 (2,46)
		PANAVIA V5	23,25 (1,72)
	P	VARIOLINK LC	17,93 (2,99)
		VARIOLINK N	25,68 (4,35)
		PANAVIA V5	24,46 (1,66)
	AP	VARIOLINK LC	18,70 (3,59)
		VARIOLINK N	25,61 (3,50)
		PANAVIA V5	23,81 (2,30)

Fonte: Elaborada pelo autor.

As Tabelas 3 a 5 apresentam os valores de média e os resultados do Teste de Tukey para o esmalte para o fator tratamentos de superfície em cada um dos cimentos avaliados.

Tabela 3 – Resultado do Teste de Tukey para o cimento Variolink LC no esmalte

TRATAMENTO	MÉDIA	CONJUNTOS HOMOGÊNEOS*
A	16,96	A
P	17,65	A
AP	18,74	A

Legenda: * Conjuntos com a mesma letra não apresentam diferenças significativas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 4 – Resultado do Teste de Tukey para o cimento Variolink N no esmalte

TRATAMENTO	MÉDIA	CONJUNTOS HOMOGÊNEOS*
A	24,65	A
P	25,82	A
AP	25,62	A

Legenda: * Conjuntos com a mesma letra não apresentam diferenças significativas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 5 – Resultado do Teste de Tukey para o cimento Panavia V5 no esmalte

TRATAMENTO	MÉDIA	CONJUNTOS HOMOGÊNEOS*
A	22,20	A
P	24,21	A
AP	24,10	A

Legenda: * Conjuntos com a mesma letra não apresentam diferenças significativas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Podemos observar um aumento nos valores com o tratamento das superfícies envolvendo o PLA, entretanto, os valores não foram considerados estatisticamente significantes.

5.2 Dentina

De forma a melhorar a apresentação dos dados, os cimentos estão agrupados nas Tabelas a seguir, em toda a descrição deste capítulo. O agrupamento dos cimentos foi para simplificar a apresentação dos resultados, entretanto, eles não foram considerados uma variável nas estatísticas.

A Tabela 6 apresenta os resultados da ANOVA para os tratamentos de superfície estudados para a dentina.

Tabela 6 – Resultado ANOVA 1 fator grupo dentina

FATOR	CIMENTO	F	P
TRATAMENTO	VARIOLINK LC	50,70	0,00*
	VARIOLINK N	29,24	0,00*
	PANAVIA V5	162,29	0,00*

Legenda: * - $p < 0,05$ - Diferenças Estatísticas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Podem observar pela Tabela 6 que o fator tratamento de superfície apresentou diferença estatisticamente significante em todos os cimentos avaliados (valores de p).

As médias e os desvios-padrão das diferenças dos valores da resistência de união para cada um dos tratamentos estudados agrupando os cimentos avaliados estão na Tabela 7.

Tabela 7 – Valores de média e de desvio-padrão dos valores da resistência de união na dentina para cada um dos tratamentos de superfície estudados

TRATAMENTO	CIMENTO	MPa
AP	VARIOLINK LC	5,65 (1,47)
	VARIOLINK N	8,37 (2,00)
	PANAVIA V5	7,13 (1,88)
A	VARIOLINK LC	9,19 (1,32)
	VARIOLINK N	12,64 (2,87)
	PANAVIA V5	15,85 (2,59)
P	VARIOLINK LC	13,39 (2,22)
	VARIOLINK N	18,06 (3,44)
	PANAVIA V5	24,39 (1,86)

Fonte: Elaborada pelo autor.

Podemos observar que o tratamento P apresentou os maiores valores de resistência de união para os três cimentos avaliados.

Foi aplicado então o Teste de Tukey em cada um dos cimentos avaliados. As Tabelas 8 a 10 apresentam os valores de média e os resultados do Teste de Tukey.

Tabela 8 – Resultado do Teste de Tukey para o cimento Variolink LC na dentina

PROTOCOLO	MÉDIA	CONJUNTOS HOMOGÊNEOS*
AP	5,65	A
A	9,19	B
P	13,39	C

Legenda: * Conjuntos com a mesma letra não apresentam diferenças significativas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 9 – Resultado do Teste de Tukey para o cimento Variolink N na dentina

PROTOCOLO	MÉDIA	CONJUNTOS HOMOGÊNEOS*
AP	8,37	A
A	12,64	B
P	18,06	C

Legenda: * Conjuntos com a mesma letra não apresentam diferenças significativas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 10 – Resultado do Teste de Tukey para o cimento Panavia V5 na dentina

PROTOCOLO	MÉDIA	CONJUNTOS HOMOGÊNEOS*
AP	7,13	A
A	15,85	B
P	24,39	C

Legenda: * Conjuntos com a mesma letra não apresentam diferenças significativas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Através dos dados das Tabelas de 8 a 10 podemos observar que em todos os tratamentos de superfície para o substrato dentinário o cimento fotoativado Variolink LC apresentou as menores médias.

5.3 Cerâmica

De forma a melhorar a apresentação dos dados, os cimentos estão agrupados nas Tabelas a seguir, em toda a descrição deste capítulo. O agrupamento dos cimentos foi para simplificar a apresentação dos resultados, entretanto, eles não foram considerados uma variável nas estatísticas.

A Tabela 11 apresenta os resultados da ANOVA para os tratamentos de superfície agrupando os cimentos avaliados no substrato cerâmica.

Tabela 11 – Resultado ANOVA 2 fatores grupo cerâmica

FATOR	CIMENTO	F	P
TEMPO	VARIOLINK LC	0,00	0,94
	VARIOLINK N	1,82	0,18
	PANAVIA V5	0,00	0,97
TRATAMENTO	VARIOLINK LC	112,80	0,00*
	VARIOLINK N	88,33	0,00*
	PANAVIA V5	99,58	0,00*
TEMPO*TRATAMENTO	VARIOLINK LC	1,92	0,15
	VARIOLINK N	1,79	0,17
	PANAVIA V5	0,09	0,91

Legenda: * - $p < 0,05$ - Diferenças Estatísticas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Podem observar pela Tabela 11 que apenas o fator tratamento apresentou diferença estatisticamente significante em todos os cimentos avaliados (valores de p).

As médias e os desvios-padrão das diferenças dos valores da resistência de união para cada um dos tratamentos estudados estão na Tabela 12.

Tabela 12 – Valores de média e de desvio-padrão dos valores da resistência de união na cerâmica para cada um dos tratamentos de superfície estudados

(continuação)

TEMPO	TRATAMENTO	CIMENTO	MPa
30 SEGUNDOS	P	VARIOLINK LC	4,98 (1,08)
		VARIOLINK N	8,17 (2,73)
		PANAVIA V5	4,31 (0,95)
	AP	VARIOLINK LC	8,91 (1,39)
		VARIOLINK N	14,97 (1,66)
		PANAVIA V5	7,03 (1,94)

Tabela 12 – Valores de média e de desvio-padrão dos valores da resistência de união na cerâmica para cada um dos tratamentos de superfície estudados

(conclusão)

TEMPO	TRATAMENTO	CIMENTO	MPa
1 MINUTO	A	VARIOLINK LC	13,49 (2,34)
		VARIOLINK N	18,74 (3,15)
		PANAVIA V5	12,82 (2,80)
	P	VARIOLINK LC	5,99 (1,04)
		VARIOLINK N	8,15 (1,61)
		PANAVIA V5	4,06 (1,14)
	AP	VARIOLINK LC	7,80 (1,50)
		VARIOLINK N	12,35 (2,30)
		PANAVIA V5	7,31 (1,18)
	A	VARIOLINK LC	13,49 (2,34)
		VARIOLINK N	18,74 (3,15)
		PANAVIA V5	12,82 (2,80)

Fonte: Elaborada pelo autor.

Podemos observar que os valores das médias e dos desvios-padrão para as superfícies da cerâmica que receberam tratamento PLA apresentaram redução da resistência de união para os três cimentos avaliados.

Foi aplicado então o Teste de Tukey em cada um dos cimentos avaliados. A Tabela 13 apresenta os valores de média e os resultados do Teste de Tukey para o fator tempo.

Tabela 13 – Resultado do Teste de Tukey para os tempos 30 s e 1 min na cerâmica

CIMENTO	TEMPO	MÉDIA	CONJUNTOS HOMOGÊNEOS*
VARIOLINK LC	30 SEGUNDOS	9,13	A
	1 MINUTO	9,09	A
VARIOLINK N	30 SEGUNDOS	13,96	B
	1 MINUTO	13,08	B
PANAVIA V5	30 SEGUNDOS	8,05	C
	1 MINUTO	8,06	C

Legenda: * Conjuntos com a mesma letra não apresentam diferenças significativas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Podemos observar que não houve diferença estatisticamente significativa considerando o tempo para o substrato cerâmica.

A Tabela 14 apresenta os valores de média e os resultados do Teste de Tukey para o fator tratamento com o cimento Variolink LC.

Tabela 14 – Resultado do Teste de Tukey para o tratamento com o cimento Variolink LC na cerâmica

TRATAMENTO	MÉDIA	CONJUNTOS HOMOGÊNEOS*
P	5,49	A
AP	8,36	B
A	13,49	C

Legenda: * Conjuntos com a mesma letra não apresentam diferenças significativas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Tabela 15 apresenta os valores de média e os resultados do Teste de Tukey para o fator tratamento com o cimento Variolink N.

Tabela 15 – Resultado do Teste de Tukey para o tratamento com o cimento Variolink N na cerâmica

TRATAMENTO	MÉDIA	CONJUNTOS HOMOGÊNEOS*
P	8,16	A
AP	13,66	B
A	18,74	C

Legenda: * Conjuntos com a mesma letra não apresentam diferenças significativas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Tabela 16 apresenta os valores de média e os resultados do Teste de Tukey para o fator tratamento com o cimento Panavia V5.

Tabela 16 – Resultado do Teste de Tukey para o tratamento com o cimento Panavia V5 na cerâmica

TRATAMENTO	MÉDIA	CONJUNTOS HOMOGÊNEOS*
P	4,18	A
AP	7,17	B
A	12,82	C

Legenda: * Conjuntos com a mesma letra não apresentam diferenças significativas.

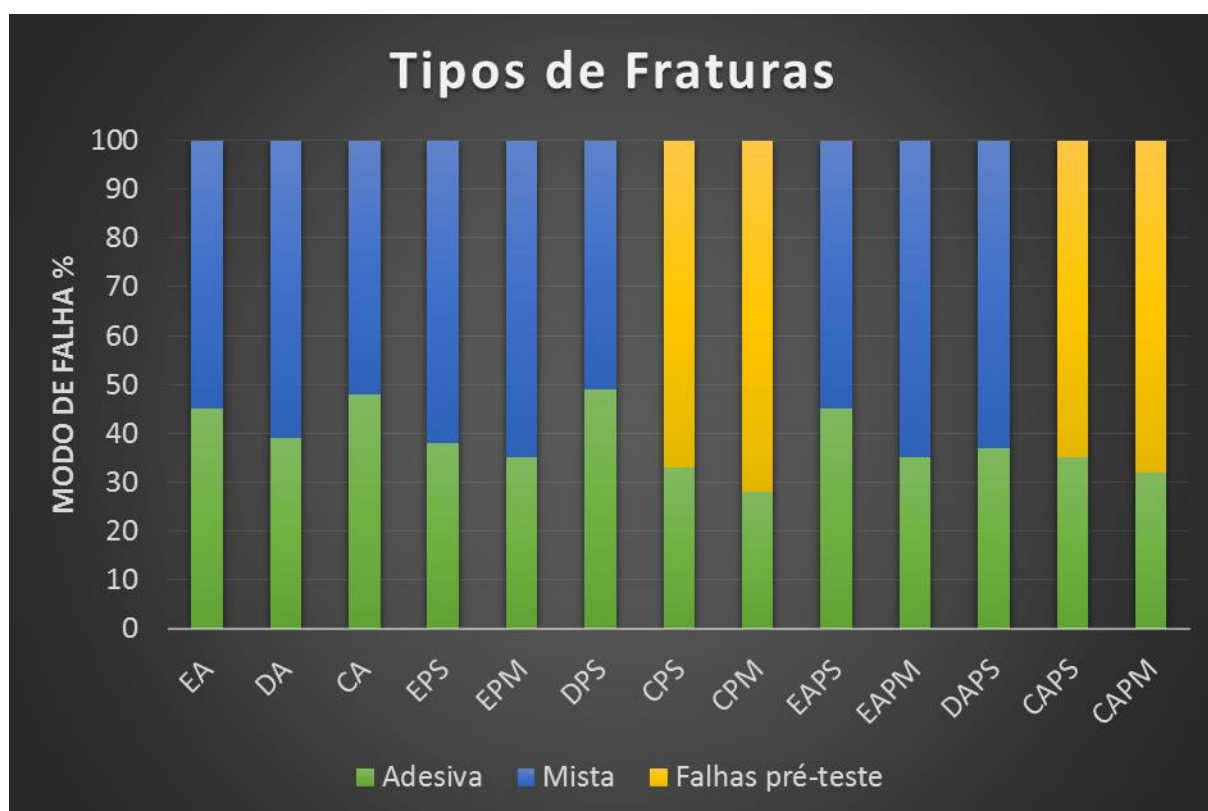
Fonte: Elaborada pelo autor.

Através dos dados das Tabelas podemos observar que para o substrato cerâmica o tratamento ácido apresentou as maiores médias de resistência de união.

5.4 Análise Fractográfica

Com relação ao tipo de falha observada em estereomicroscópio, posterior ao ensaio mecânico de microcisalhamento, foram encontradas fraturas mistas e adesivas. Para o substrato do esmalte e dentina houve predominância de fraturas mistas em todos os tratamentos de superfície. Para o substrato da cerâmica houve predominância de fraturas adesivas, entretanto, foi considerável o número de falhas pré-testes (quando o cilindro deslocava da superfície da cerâmica, antes mesmo ao teste), por isso, julgamos necessária a apresentação desses dados (Figura 26).

Figura 26 – Porcentagem do modo de falha



Fonte: Elaborada pelo autor.

5.5 Microscopia eletrônica de varredura

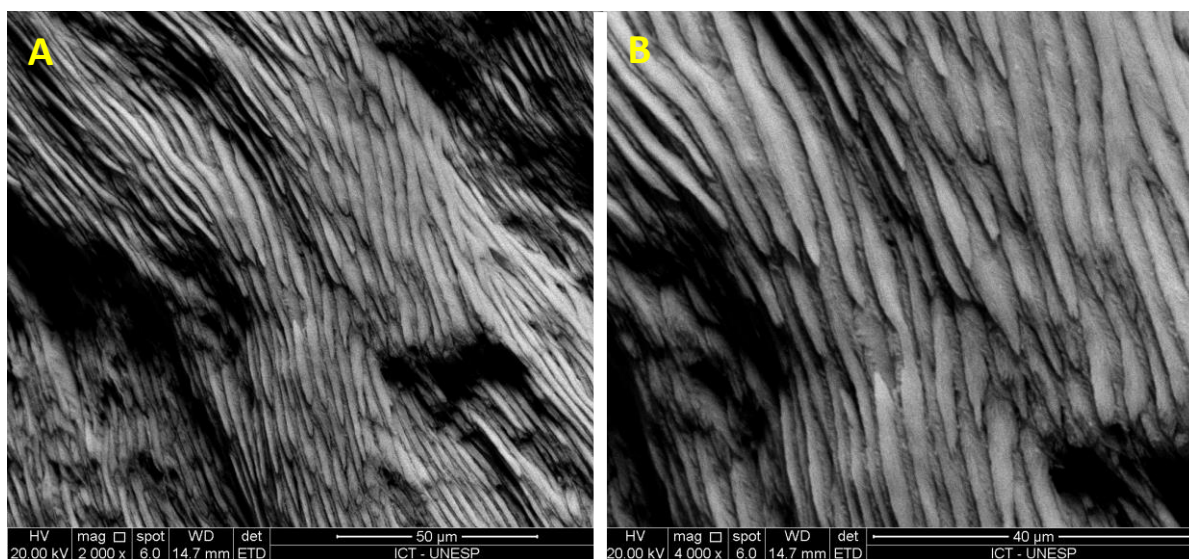
Considerando os resultados da Fase I, o insucesso dos protocolos com plasma sobre o substrato da cerâmica de dissilicato de lítio, optamos pela exclusão desses espécimes para a microscopia eletrônica de varredura. Considerando ainda, que os cimentos resinosos não apresentaram diferenças entre si, dentro de cada protocolo de tratamento de superfície, optamos pela escolha de apenas um dos cimentos para a microscopia; pois o objetivo principal do nosso estudo consistia na análise dos substratos submetidos aos diferentes tratamentos de superfície propostos.

5.5.1 Primeira etapa do MEV: análise da área de fratura nos substratos

Na primeira análise foram avaliadas as superfícies do esmalte e da dentina na área da fratura proveniente do teste de microcissalhamento.

As imagens a seguir, são da superfície do esmalte (Figura 27 (A e B), 28 (A e B), 29 (A e B), 30 (A e B) e 31 (A e B)) e dentina (Figura 32 (A e B), 33 (A e B), 34 (A e B) com os três tratamentos propostos.

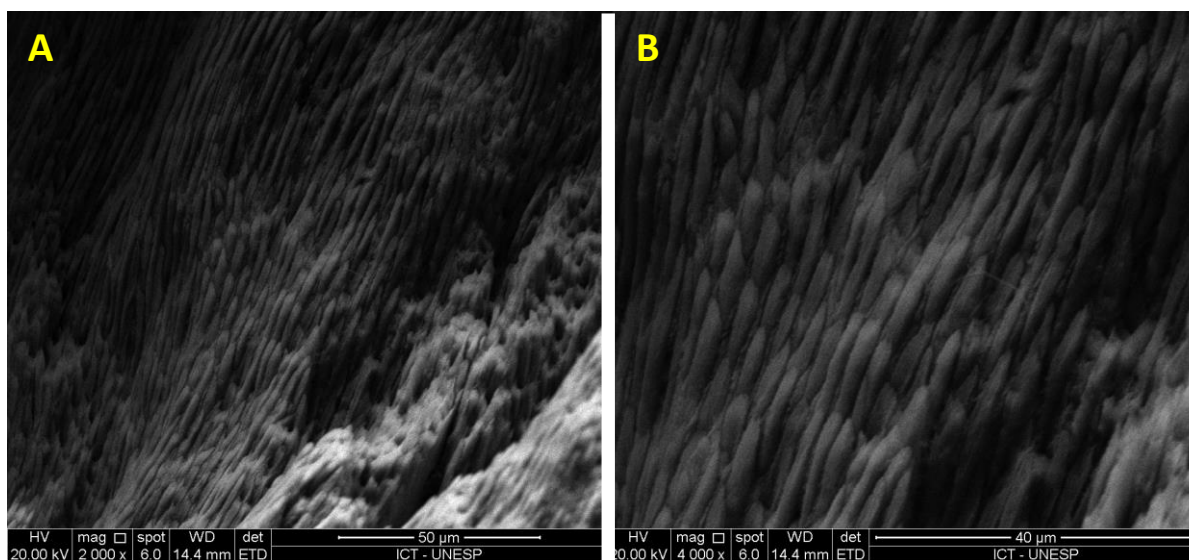
Figura 27 – Substrato esmalte: tratamento com ácido



Legenda: Esmalte tratamento com ácido e aumento de 2000 e 4000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

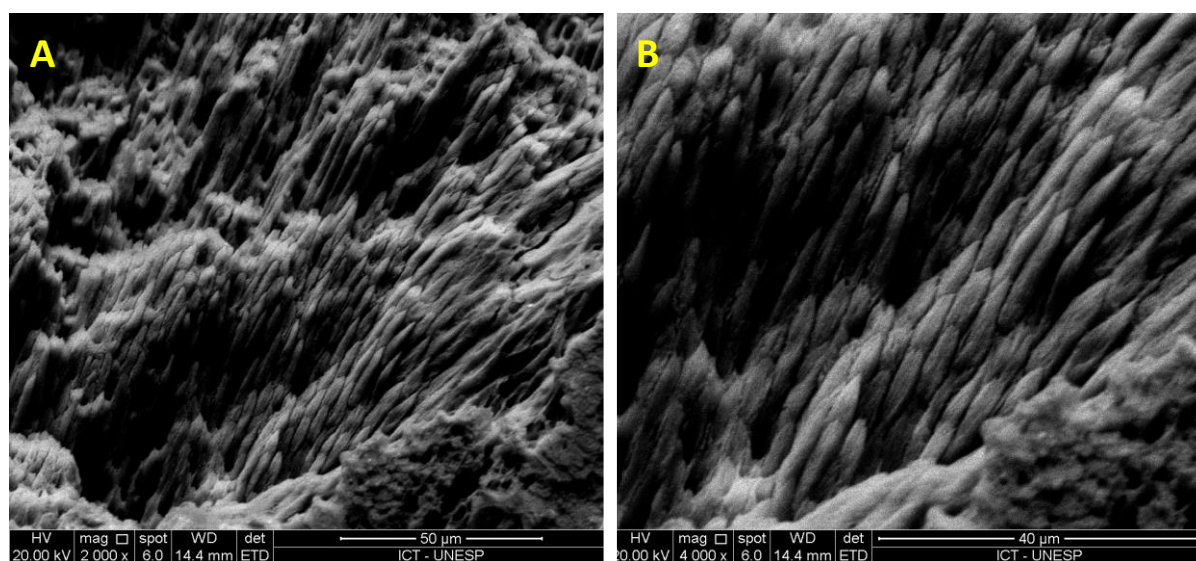
Figura 28 – Substrato esmalte: tratamento com plasma por 30 s



Legenda: Esmalte tratamento com plasma por 30 s e aumento de 2000 e 4000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

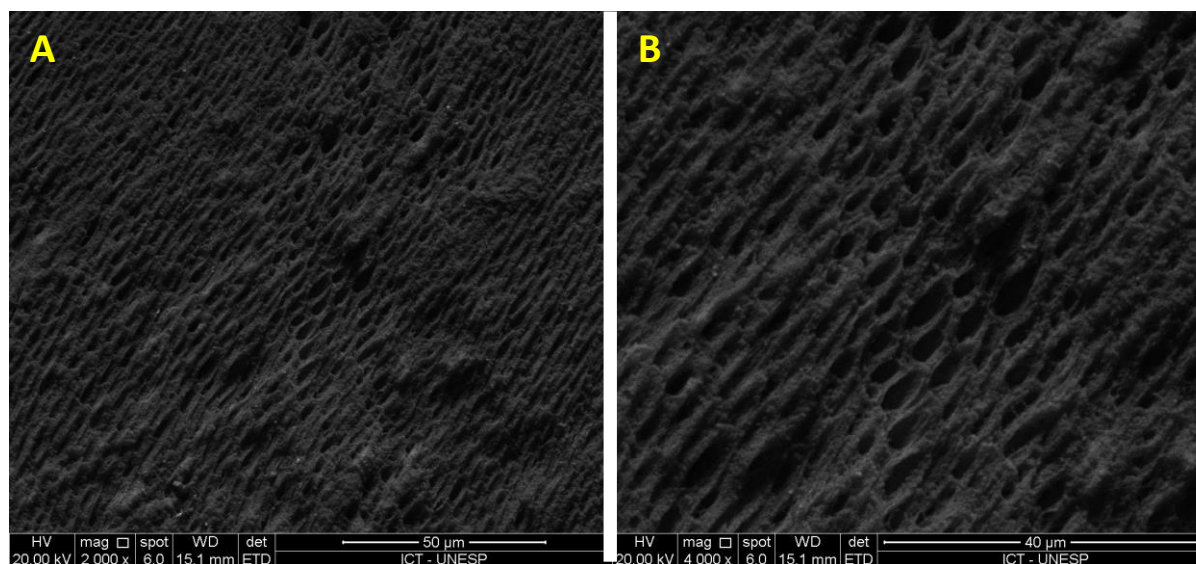
Figura 29 – Substrato esmalte: tratamento com plasma por 1 min



Legenda: Esmalte tratamento com plasma por 1 min e aumento de 2000 e 4000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

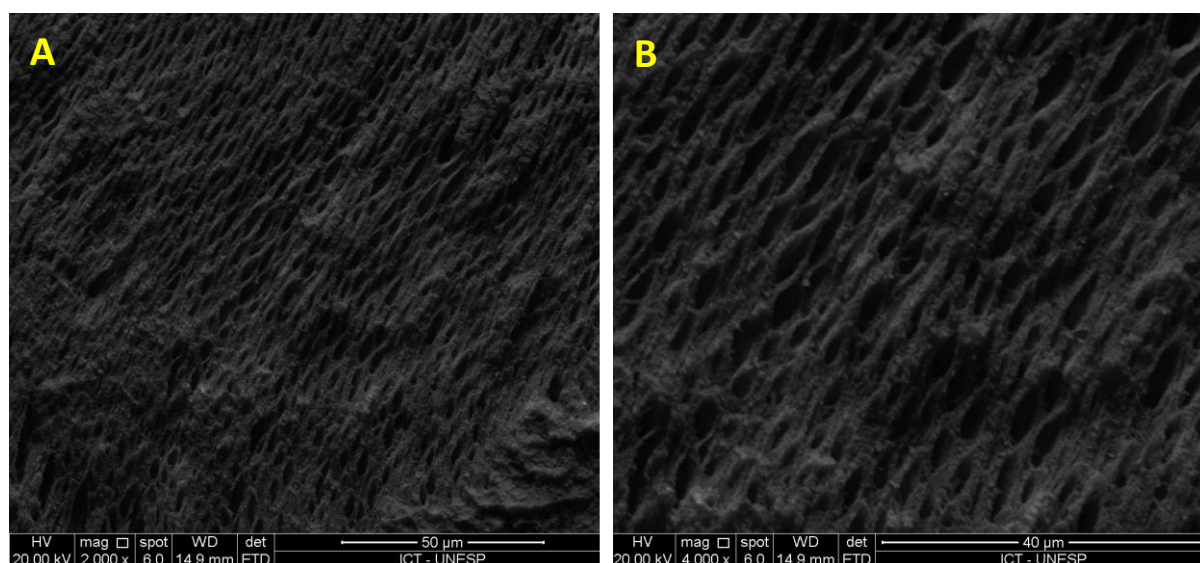
Figura 30 – Substrato esmalte: tratamento com ácido + plasma por 30 s



Legenda: Esmalte tratamento com ácido + plasma por 30 s e aumento de 2000 e 4000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

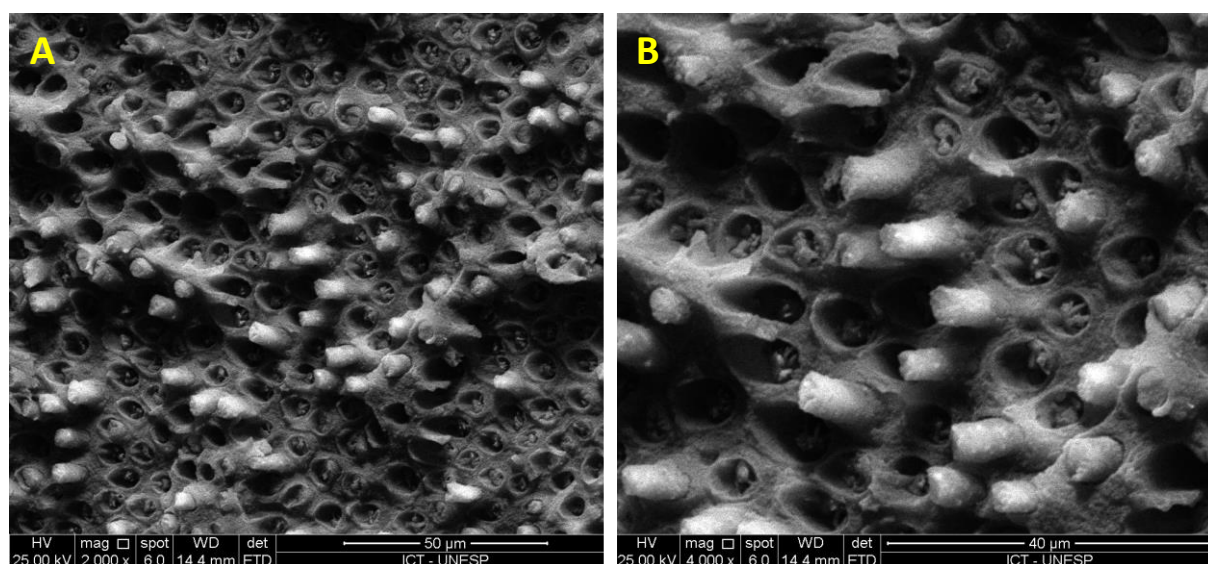
Figura 31 – Substrato esmalte: tratamento com ácido + plasma por 1 min



Legenda: Esmalte tratamento com ácido + plasma por 1 min e aumento de 2000 e 4000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

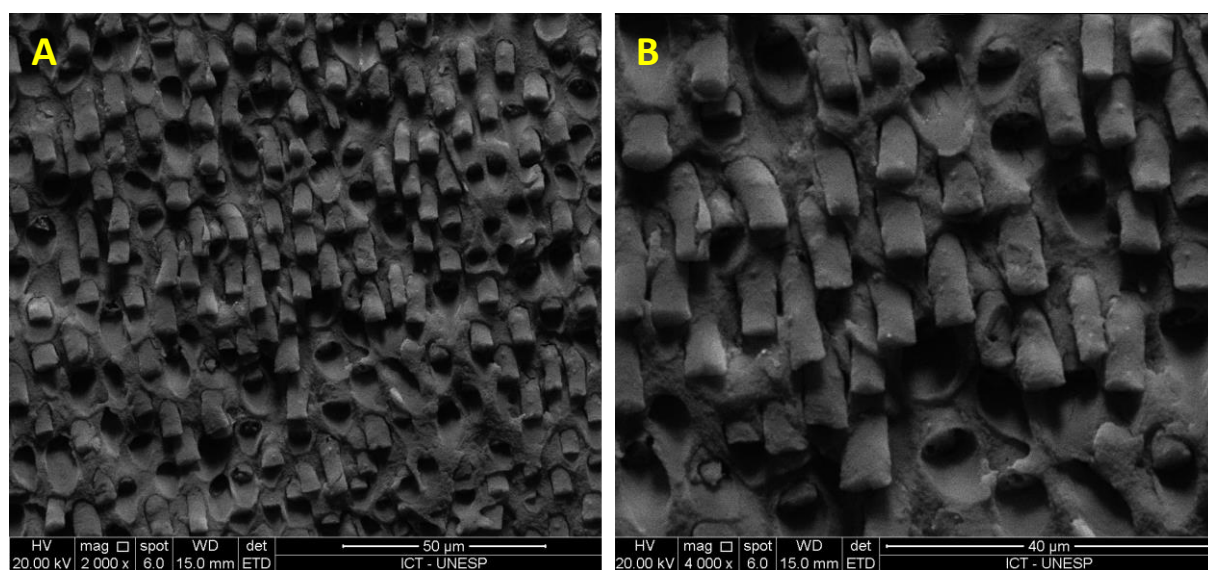
Figura 32 – Substrato dentina: tratamento com ácido



Legenda: Dentina tratamento com ácido e aumento de 2000 e 4000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

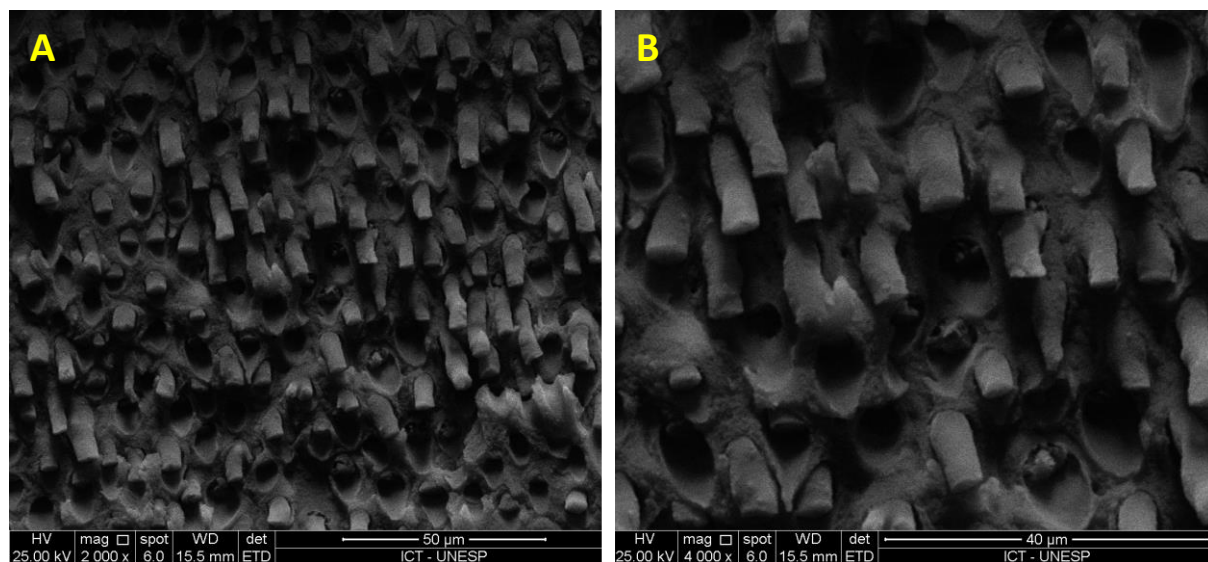
Figura 33 – Substrato dentina: tratamento com plasma por 30 s



Legenda: Dentina tratamento com plasma por 30 s e aumento de 2000 e 4000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 34 – Substrato dentina: tratamento com ácido + plasma por 30 s



Legenda: Dentina tratamento com ácido + plasma por 30 s e aumento de 2000 e 4000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Através das imagens acima podemos observar que para a superfície do

esmalte o tratamento de superfície com ácido ou o plasma não demonstraram alterações na morfologia dos prismas, enquanto que para o tratamento com ácido+plasma nos dois tempos estudados (30 s e 1 min) parecem deixar a superfície com o aspecto mais rugoso.

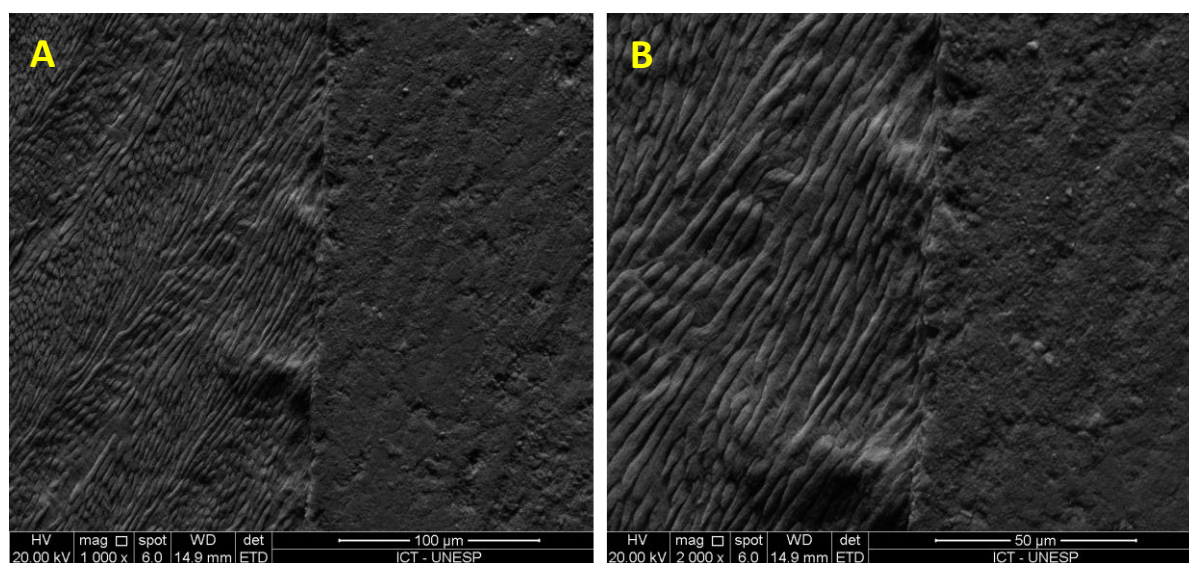
Para o substrato dentinário, podemos observar nitidamente a presença da dentina peritubular no grupo com tratamento ácido; no entanto, nos grupos onde foi aplicado o plasma na superfície não notamos uma evidência dessa área da dentina.

5.4.2 Segunda etapa do MEV: análise da interface adesiva dos substratos

Na segunda análise foram avaliadas as interfaces adesivas de todos os tratamentos propostos no estudo.

As imagens a seguir, são da superfície do esmalte (Figura 35 (A e B), 36 (A e B), 37 (A e B), 38 (A e B) e 39 (A e B)) e dentina (Figura 40 (A e B), 41 (A e B), 42 (A e B) com os três tratamentos propostos.

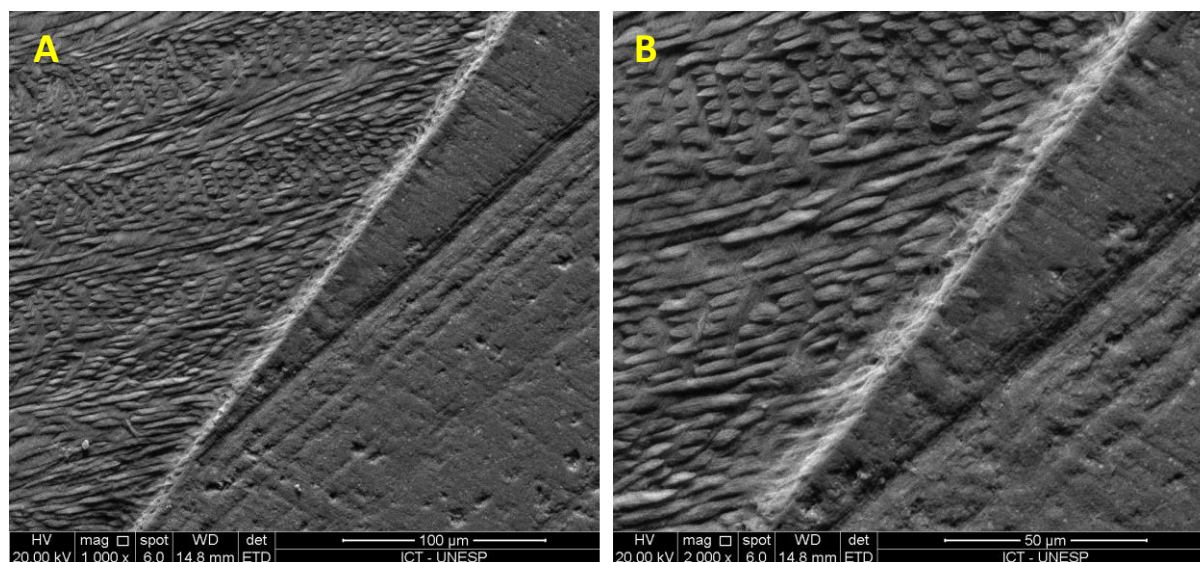
Figura 35 – Substrato esmalte: tratamento com ácido



Legenda: Esmalte tratamento com ácido e aumento de 1000 e 2000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

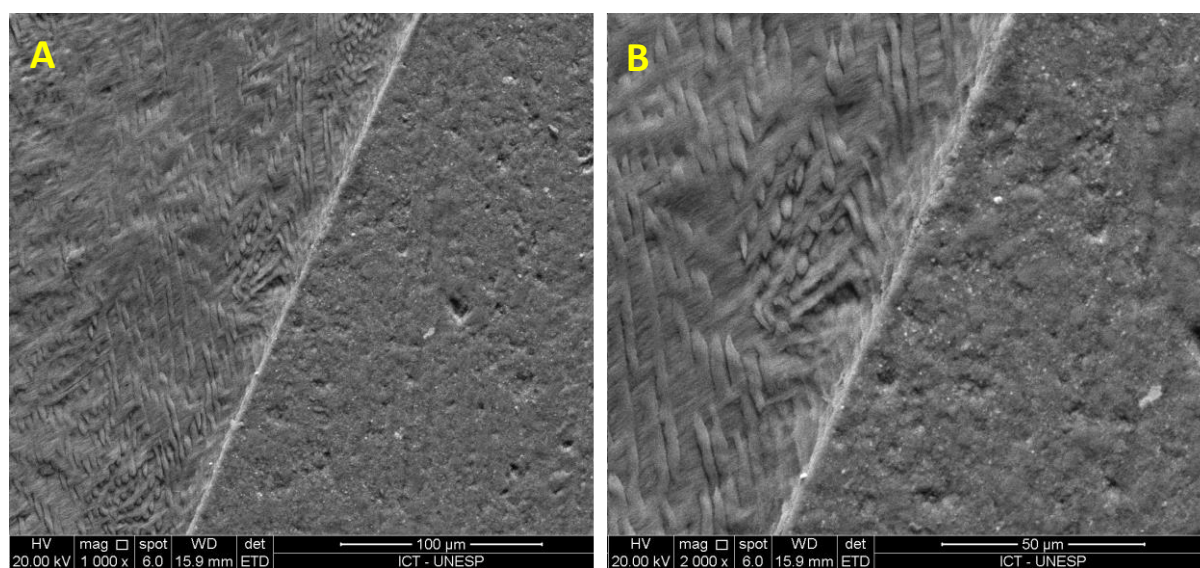
Figura 36 – Substrato esmalte: tratamento com plasma por 30 s



Legenda: Esmalte tratamento com plasma por 30 s e aumento de 1000 e 2000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

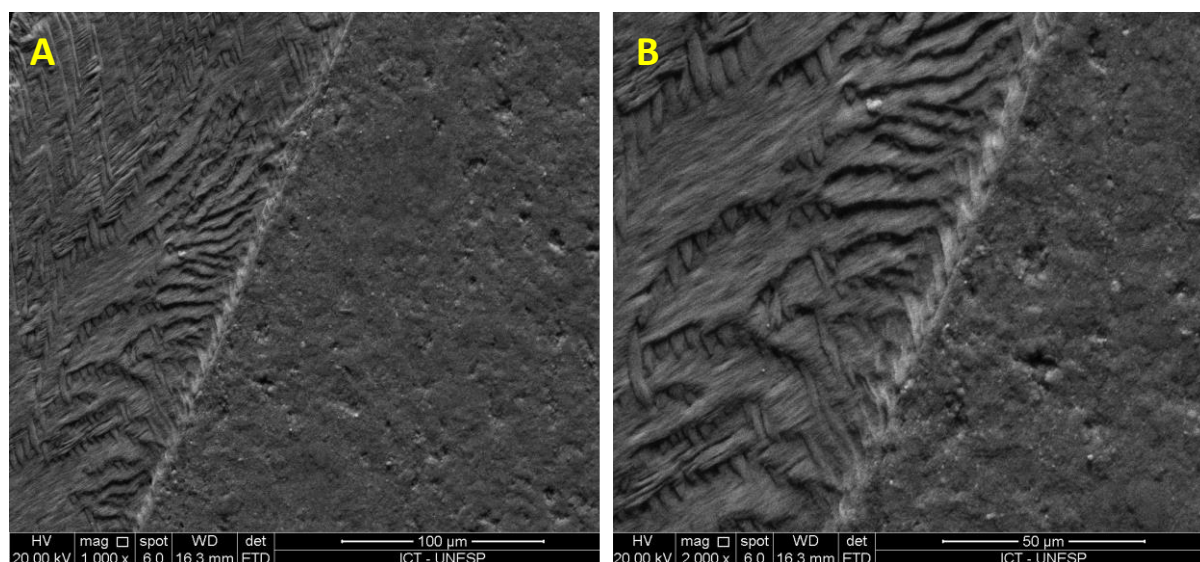
Figura 37 – Substrato esmalte: tratamento com plasma por 1 min



Legenda: Esmalte tratamento com plasma por 1 min e aumento de 1000 e 2000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

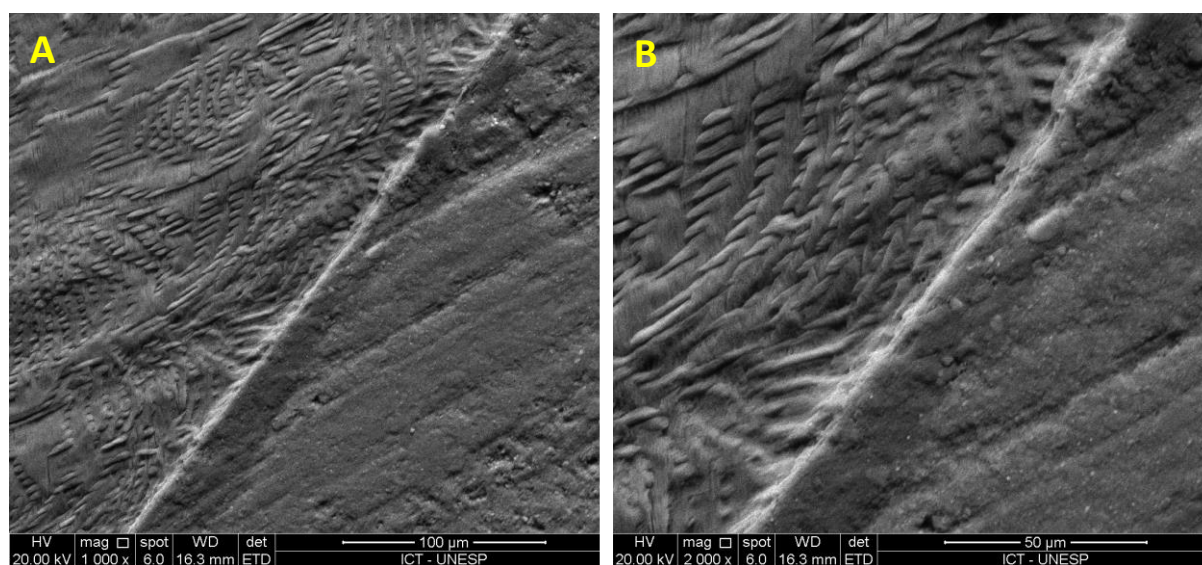
Figura 38 – Substrato esmalte: tratamento com ácido + plasma por 30 s



Legenda: Esmalte tratamento com ácido + plasma por 30 s e aumento de 1000 e 2000 x.

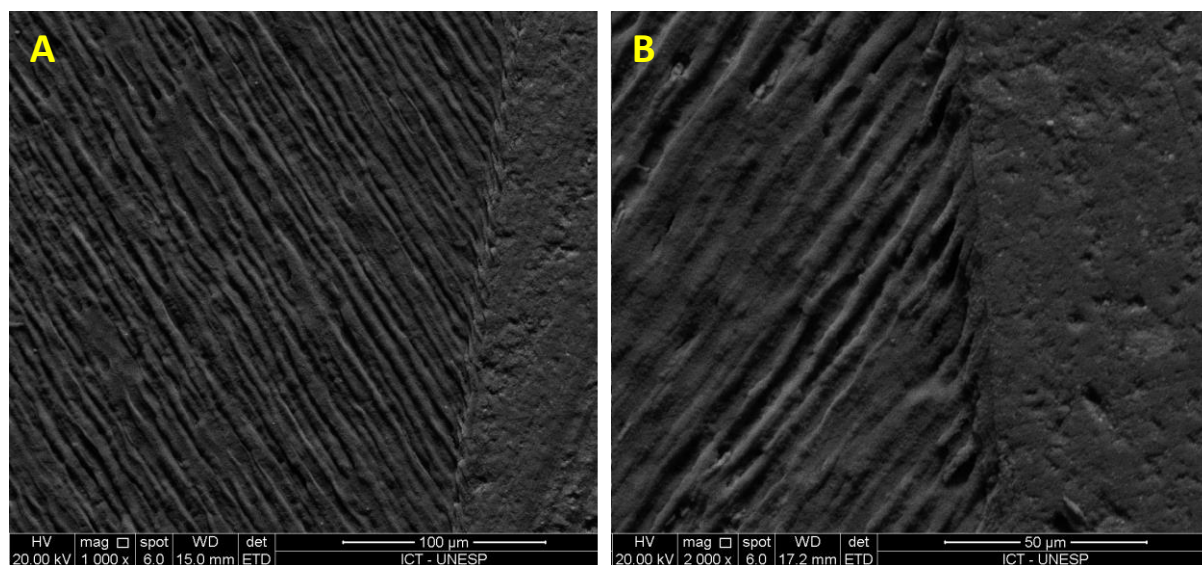
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 39 – Substrato esmalte: tratamento com ácido + plasma por 1 min



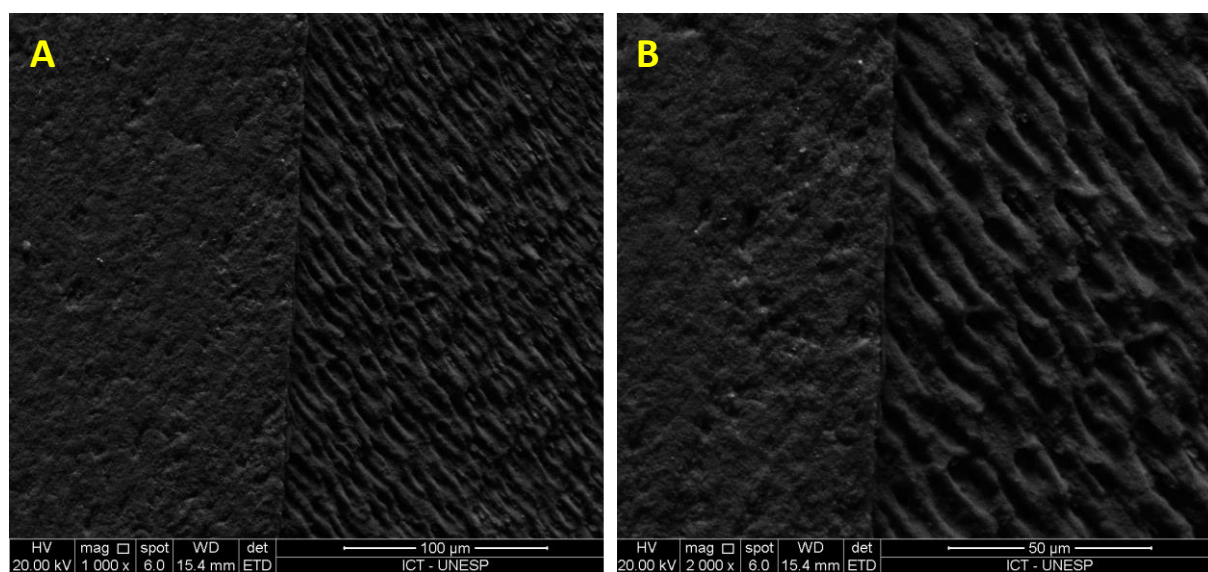
Legenda: Esmalte tratamento com ácido + plasma por 1min e aumento de 1000 e 2000 x.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 40 – Substrato dentina: tratamento com ácido



Legenda: Dentina tratamento com ácido e aumento de 1000 e 2000 x.
Fonte: Elaborada pelo autor.

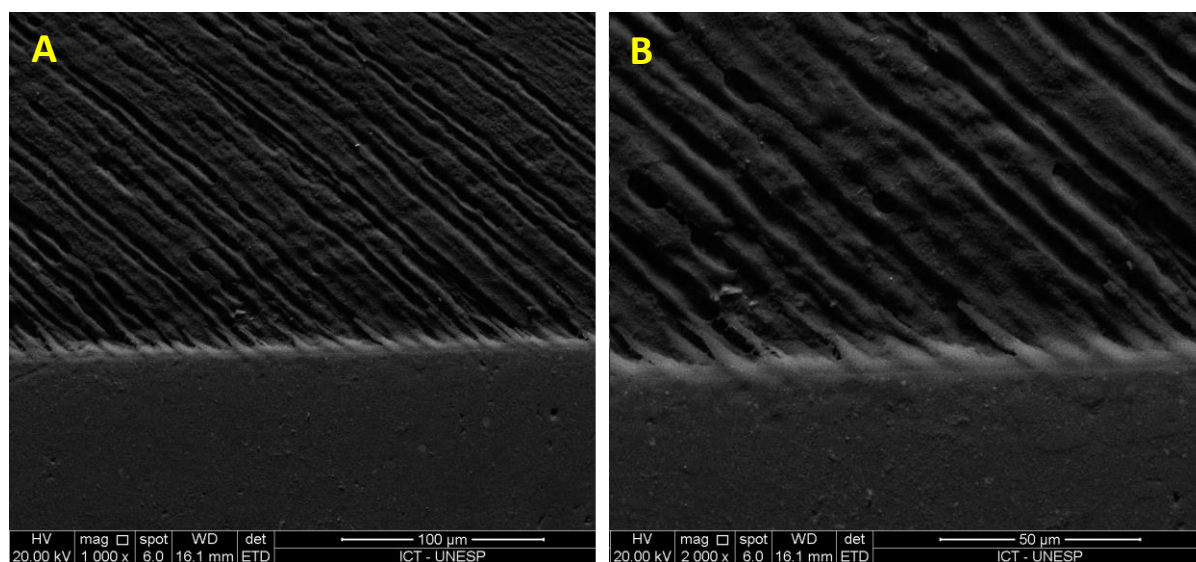
Figura 41 – Substrato dentina: tratamento com plasma por 30 s



Legenda: Dentina tratamento com plasma por 30 s e aumento de 1000 e 2000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 42 – Substrato dentina: tratamento com ácido + plasma por 30 s



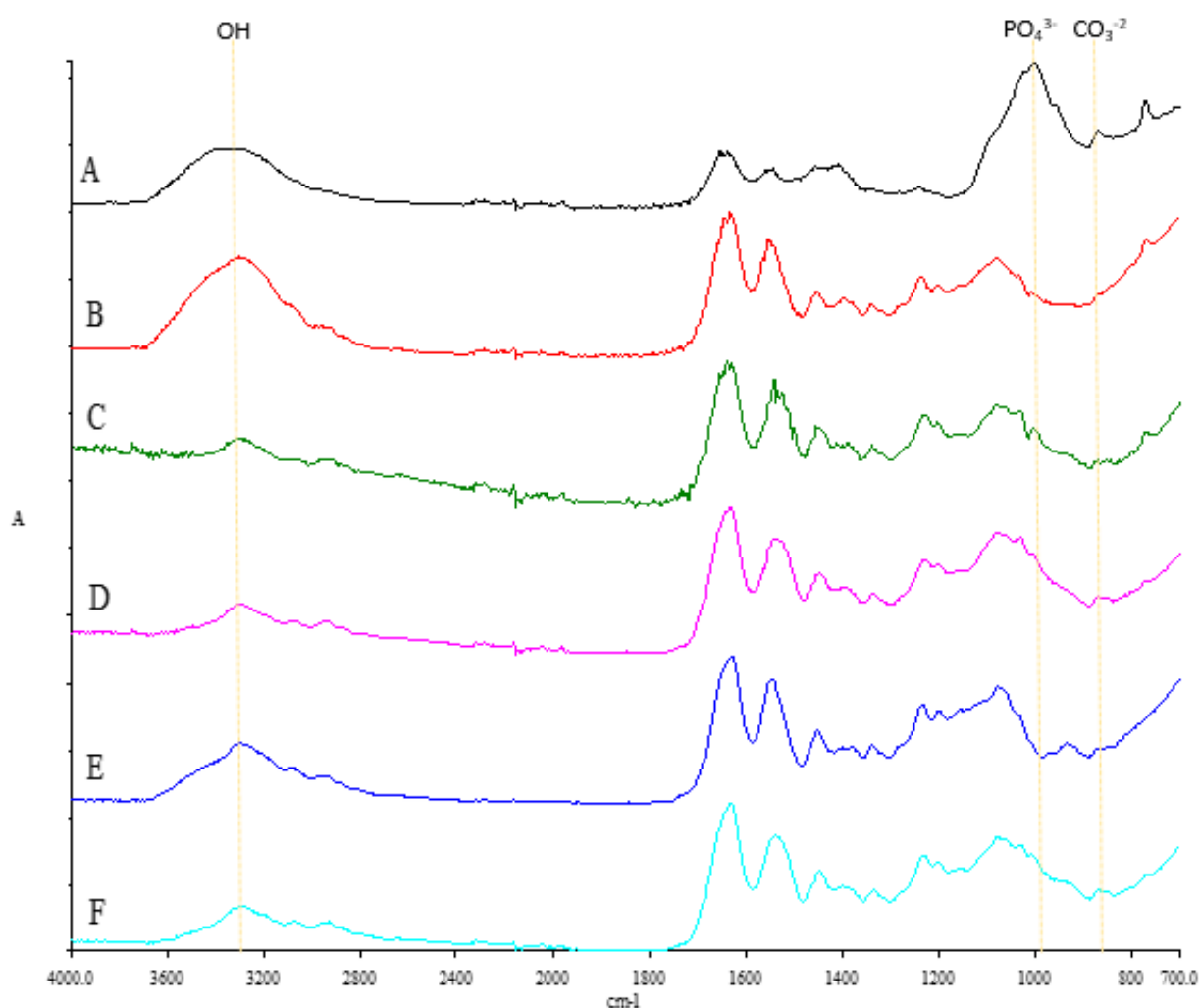
Legenda: Dentina tratamento com ácido + plasma por 30 s e aumento de 1000 e 2000 x.

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.5 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

As imagens a seguir apresentam as alterações na absorbância dos espectros para o substrato esmalte (Figura 43) e para a dentina (Figura 44).

Figura 43 – Espectros FTIR substrato esmalte

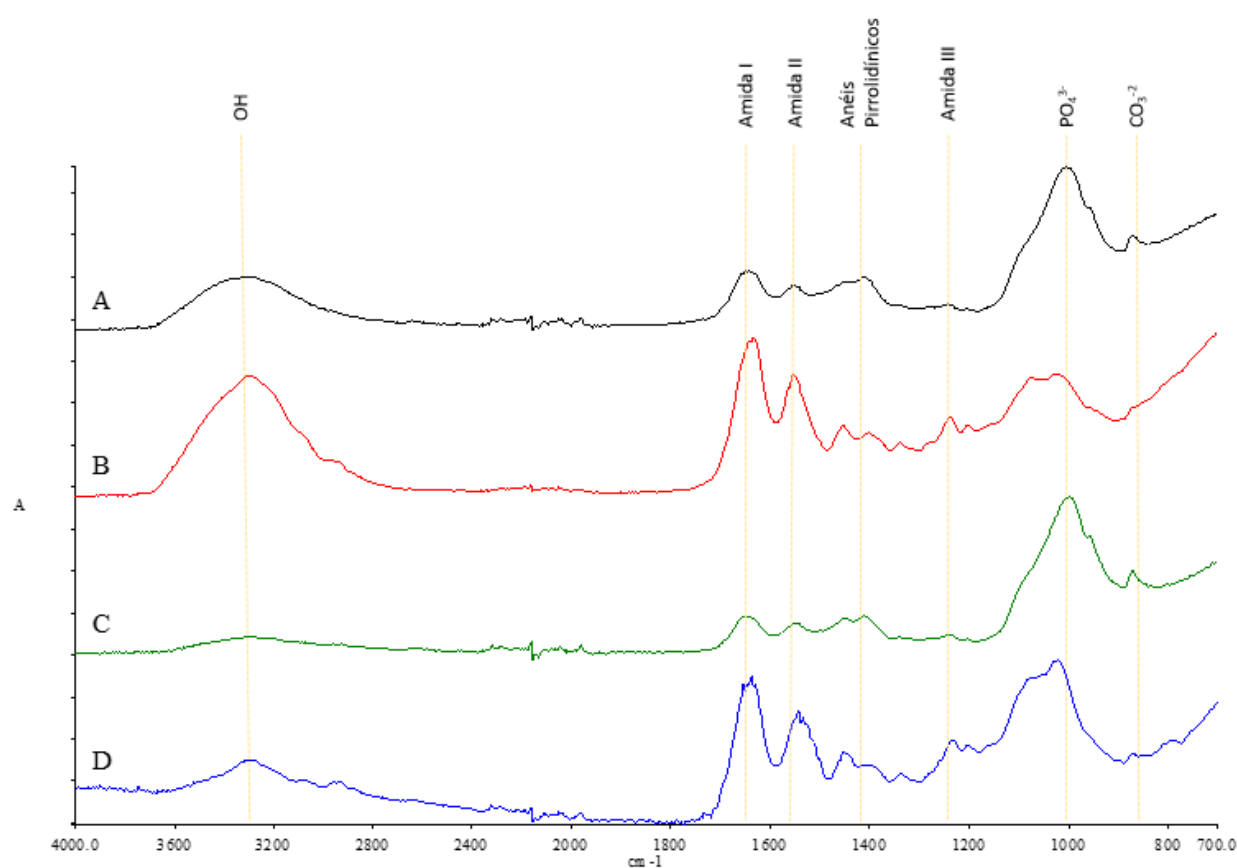


Legenda: Água (OH), Fosfato (PO_4^{3-}) e Carbonato (CO_3^{2-}). Tratamentos: A (sem tratamento); B (ácido); C(Plasma 30 s);D (Plasma 1 min); E (ácido+plasma 30 s); F (ácido+plasma 1 min).

Fonte: Elaborada pelo autor.

A curva do espectro A representa o grupo controle, ou seja, sem nenhum tratamento de superfície; a curva B o tratamento com ácido a C o tratamento com plasma por 30 s; a D o tratamento plasma por 1 min; a E o tratamento com ácido + plasma por 30 s; e, a F o tratamento com plasma + ácido por 1 min.

Figura 44 – Espectros FT-IR substrato dentina



Legenda: Dentina.

Fonte: Elaborada pelo autor.

A curva do espectro A representa o grupo controle, ou seja, sem nenhum tratamento de superfície; B o tratamento com ácido; C o tratamento com plasma; e D o tratamento ácido+plasma por 30 seg.

Nos espectros FTIR dos grupos de esmalte, os modos normais de fosfato PO_4^{3-} foram observados em 1048 cm^{-1} e em 956 cm^{-1} , sendo observado um deslocamento após as condições de tratamento; além de bandas referentes às vibrações de carbonato CO_3^{2-} (872 cm^{-1} , 1400 cm^{-1} , 1446 cm^{-1} e 1540 cm^{-1}) (Feurstein et al., 2005; Pon-on et al., 2008).

Foi possível observar uma diminuição nos picos de referência da água OH ($3600\text{ a }3200\text{ cm}^{-1}$) em todos os tratamentos que envolveram a aplicação do plasma, entretanto, para o grupo que recebeu o tratamento somente com o ácido, observamos o aumento desse pico.

Nos grupos que receberam tratamento na superfície comparado ao grupo controle, notou-se que a banda referente ao modo do PO_4^{3-} ficou menos intensa. Além disso, os picos estão cerca de 10 cm^{-1} deslocadas para a esquerda em relação ao grupo controle.

Nos espectros FTIR de dentina, os modos de PO_4^{3-} apareceram em 1028 cm^{-1} em todos os grupos e 958 cm^{-1} para o grupo controle e plasma. Os modos de CO_3^{2-} , em 868 cm^{-1} , 1442 cm^{-1} e 1544 cm^{-1} . No grupo controle e no grupo plasma foi possível observar bandas mais semelhantes entre si a partir de 2800 cm^{-1} . A banda do CO_3^{2-} apresentou intensidade maior nos grupos controle e plasma, e as bandas dos grupos ácido e ácido+plasma intensidades menores.

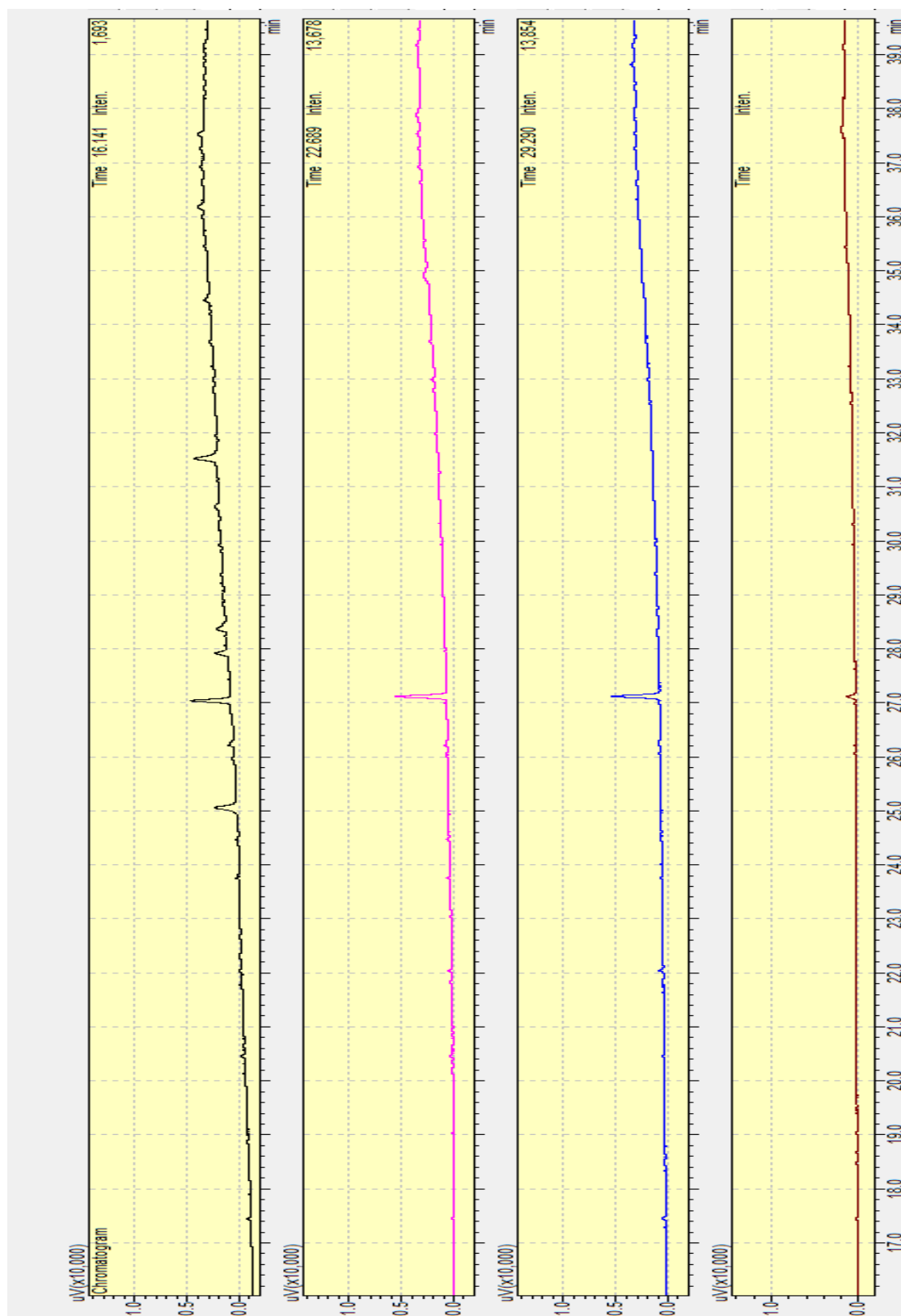
Para a dentina também foi possível observar uma diminuição nos picos de referência da água ($3600\text{ a }3200\text{ cm}^{-1}$) em todos os tratamentos que envolveram a aplicação do plasma, entretanto, para o grupo que recebeu o tratamento somente com o ácido, observamos o aumento desse pico.

5.6 Cromatografia gasosa/espectrometria de massas (MDGC/GCMS) – *(Estudo em andamento)*

Os resultados iniciais das avaliações dos compostos voláteis presentes no substrato do esmalte e da dentina estão apresentados nos espectros a seguir (Figuras 45 a 50).

Com essas primeiras avaliações observamos que as condições dos tratamentos estão diretamente relacionadas a presença ou não dos compostos. Entretanto, esta análise complementar não foi concluída. Apresentamos os resultados do FID para as condições estudadas. A identificação e quantificação das alterações observadas estão nas propostas de estudos futuros já em andamento.

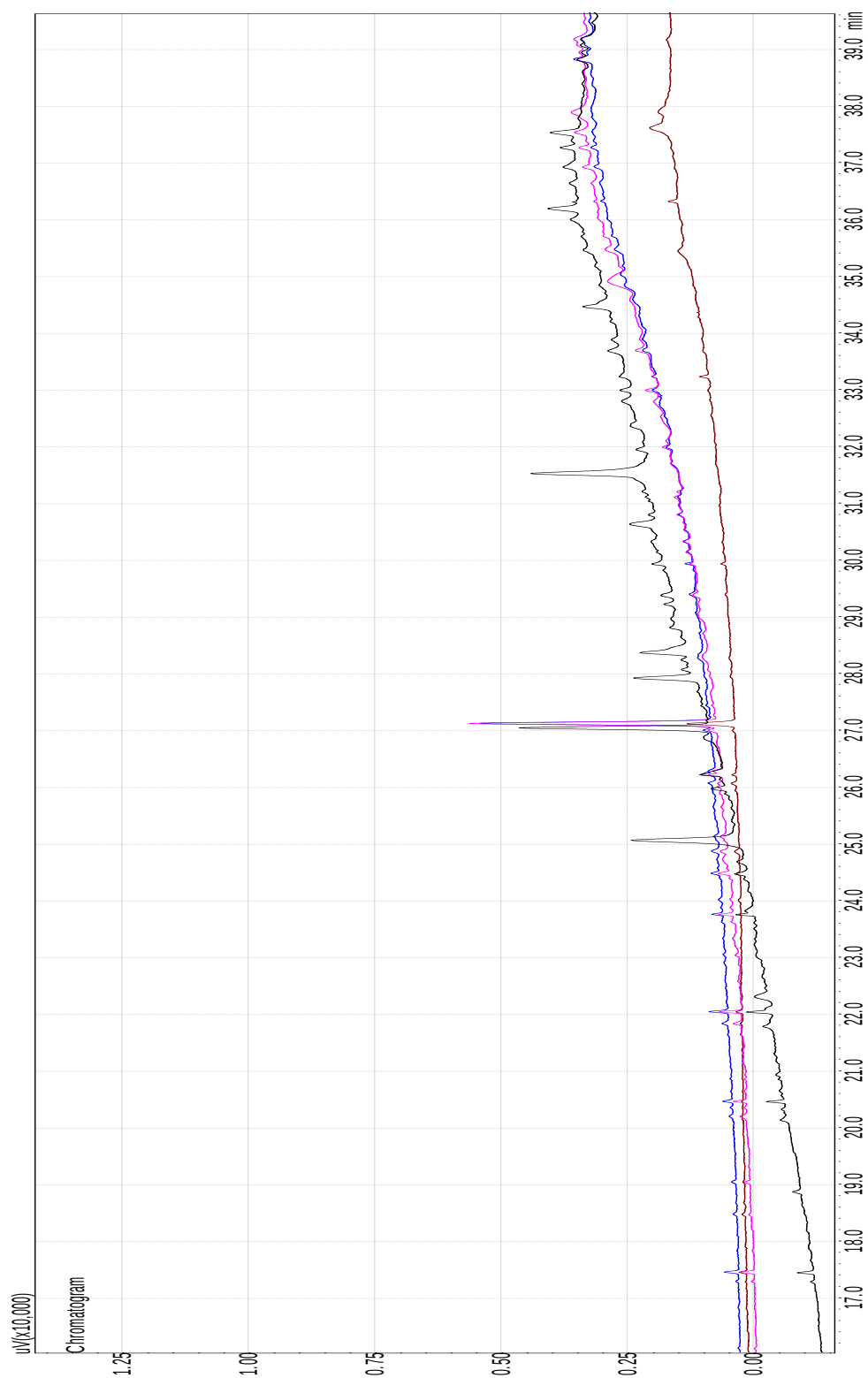
Figura 45 – Cromatogramas expandidos para o substrato do esmalte



Legenda: preto: esmalte controle (sem tratamento), rosa: esmalte tratado com ácido, azul: esmalte tratado com plasma por 30 s, e marrom: esmalte tratado com ácido+plasma por 30 s.

Fonte: Elaborada pelo autor.

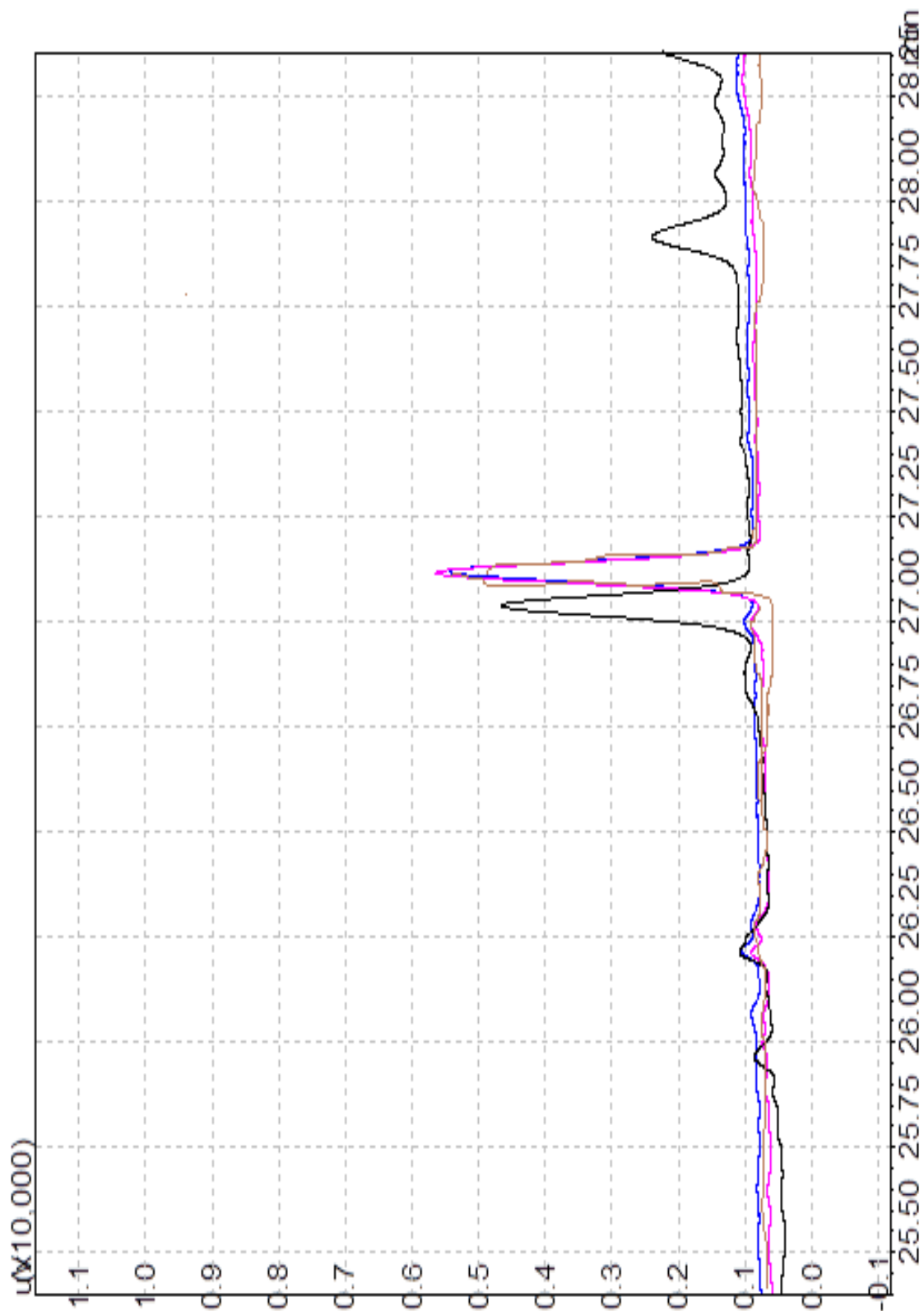
Figura 46 – Cromatogramas sobrepostos expandidos para o substrato do esmalte



Legenda: preto: esmalte controle (sem tratamento), rosa: esmalte tratado com ácido, azul: esmalte tratado com plasma por 30 s, e marrom: esmalte tratado com ácido+plasma por 30 s.

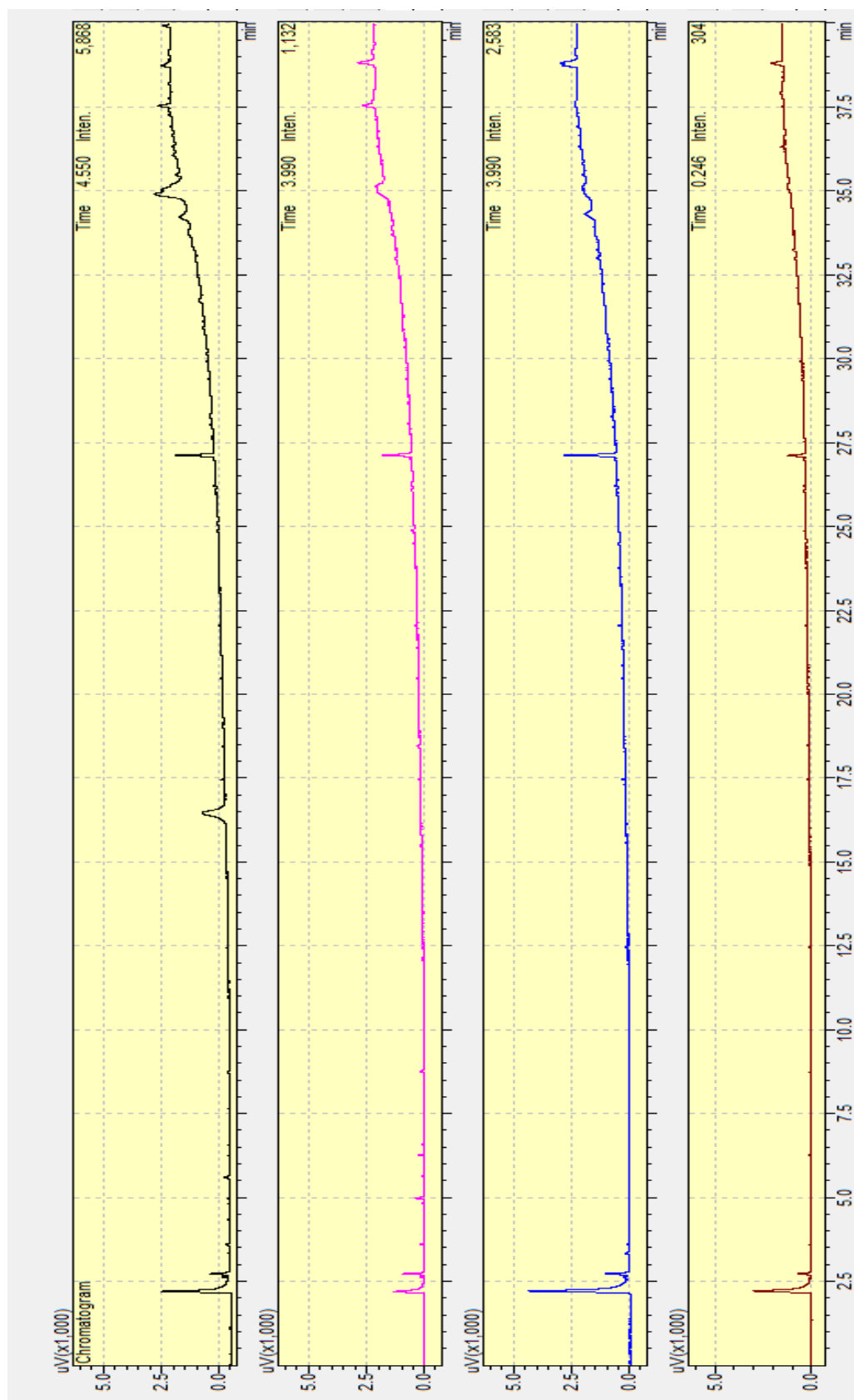
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 47 – Cromatogramas sobrepostos ampliados para o pico com o tempo de retenção de 27,121 minutos para o substrato do esmalte



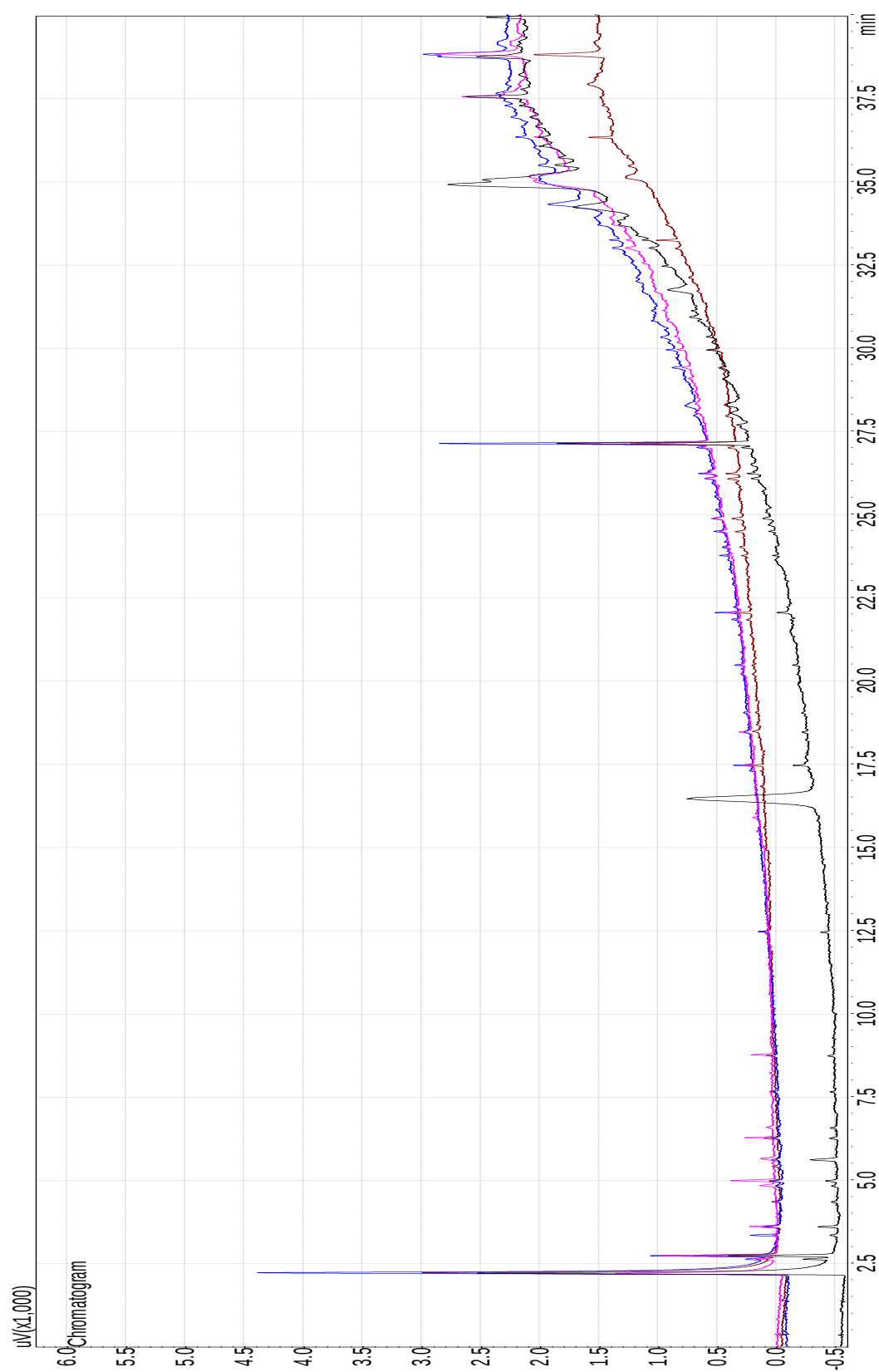
Legenda: preto: esmalte controle (sem tratamento) área do pico 14645, rosa: esmalte tratado com ácido área do pico 17539, azul: esmalte tratado com plasma por 30 s área do pico 16176, e marrom: esmalte tratado com ácido+plasma por 30 s área do pico 3421.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 48 – Cromatogramas expandidos para o substrato da dentina



Legenda: preto: dentina controle (sem tratamento), rosa: dentina tratada com ácido, azul: dentina tratada com plasma por 30 s, e marrom: dentina tratada com ácido+plasma por 30 s.
 Fonte: Elaborada pelo autor.

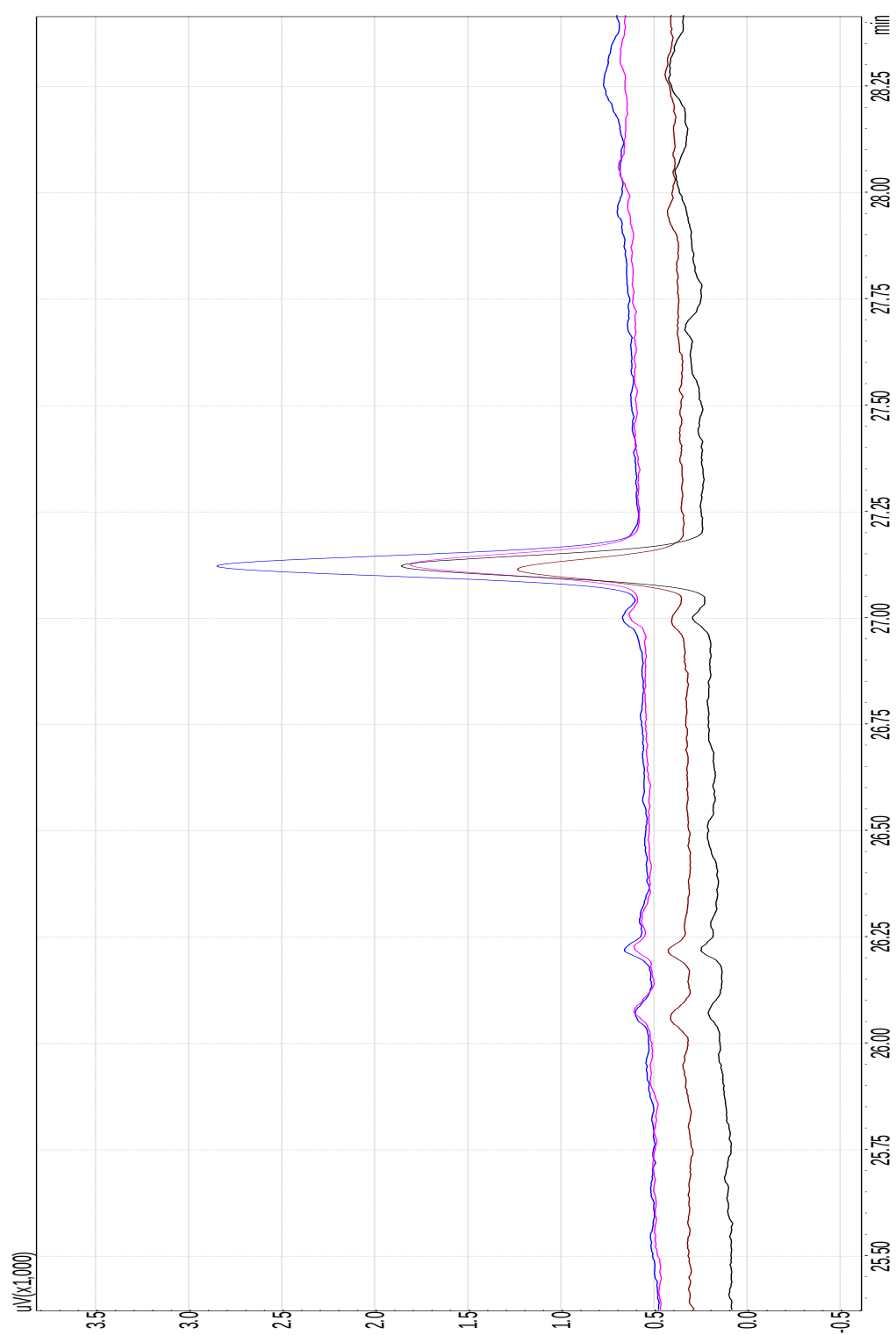
Figura 49 – Cromatogramas sobrepostos expandidos para o substrato da dentina



Legenda: preto: dentina controle (sem tratamento), rosa: dentina tratada com ácido, azul: dentina tratada com plasma por 30 s, e marrom: dentina tratada com ácido+plasma por 30 s.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 50 – Cromatogramas sobrepostos ampliados para o pico com o tempo de retenção de 27,121 minutos para o substrato da dentina



Legenda: preto: dentina controle (sem tratamento) área do pico 5929, rosa: dentina tratada com ácido área do pico 4554, azul: dentina tratada com plasma por 30 s área do pico 8101, e marrom: dentina tratada com ácido+plasma por 30 s área do pico 3157.

Fonte: Elaborada pelo autor.

6 DISCUSSÃO

6.1 Metodologia

O perfil atual da Odontologia envolve procedimentos que sejam estéticos e preconizem técnicas conservadoras. Baseados nisso, os laminados odontológicos se tornaram uma solução restauradora segura e eficaz que recupera a harmonia do sorriso, equilibrando as necessidades funcionais e estéticas para a dentição anterior.

Algumas considerações para o sucesso da técnica devem ser pensadas durante o planejamento, sendo que uma delas é a escolha do agente de cimentação. A literatura relata os cimentos fotoativados como a melhor alternativa devido às características de estabilidade de cor ao longo do tempo, mas recentemente cimentos duais livres de amina terciária começaram a ser empregados (Behle, 1998; Vichi et al., 2004). O material restaurador também possui importância e o mais utilizado atualmente com essa indicação estética são as cerâmicas de dissilicato de lítio. Entretanto, deve-se levar em consideração os fatores biológicos na longevidade e resistência de união dos procedimentos adesivos (Lenzi et al., 2013).

Os dentes bovinos são conhecidos por apresentarem microestrutura com propriedades físicas e químicas similares ao dente humano, além de possuírem uma maior facilidade de obtenção e padronização sendo assim uma alternativa viável e ética para estudos *in vitro*. Obtivemos espessuras padronizadas de esmalte e dentina, de forma a promover a cimentação em uma condição experimental mais próxima possível de uma condição *in vivo*.

Consideramos a avaliação da resistência de união, através do teste de microcisalhamento. A opção pelo teste se baseia no fato de que nos testes

“macros” (tração/cisalhamento), é possível observar um grande número de falhas coesivas, quando comparados a testes onde o espécime possui tamanho reduzido (microtração e microcisalhamento). De acordo com a literatura, a probabilidade de tais falhas ocorrerem é reduzida devido à menor área de superfície de união. Com isso, é possível observar resultados mais precisos avaliando a resistência de união entre a cerâmica e cimento resinoso (Della Bona et al., 2003). No presente estudo a seleção do teste de microcisalhamento nos permitiu a verificação de apenas falhas adesivas na interface adesiva. Além disso, todas as falhas pré-testes foram excluídas da análise estatística. Com este teste é possível simular esforços similares àqueles sofridos pela restauração, dentro da cavidade bucal. Os espécimes foram armazenados por 48 h (em água deionizada e estufa a 37°C) após o procedimento adesivo permitindo um tempo de pós-cura adequado dos materiais. Foi obtida uma média dos valores para palitos de cada dente que correspondeu à resistência adesiva daquele dente.

A escolha da matriz de macarrão para a fabricação dos cilindros de cimento resinoso baseou-se no fato de que não ocorre tensão durante sua remoção devido à absorção de água pelo macarrão no período de armazenamento dos espécimes. A água gelatiniza as moléculas de amido presentes no macarrão, e, conseqüentemente, reduz a sua rigidez. A matriz se solta facilmente do pilar de cimento, fazendo que o processo de remoção gere menos tensão sobre o cilindro de cimento e, conseqüentemente, dependa muito menos da habilidade do operador quando comparada com as matrizes que necessitam de cortes para serem retiradas (Vieira et al., 2016).

A justificativa para a seleção de protocolos onde os ácidos utilizados no pré tratamento das superfícies pudessem ser substituídos pelo plasma é relatada pela citotoxicidade desses materiais e ainda a delicada manipulação que exigem tanto dentro, quanto fora da cavidade bucal. E para a cerâmica de dissilicato de lítio a literatura sugere que o tratamento de superfície com HF seja eliminado do

processo de cimentação, pois pode afetar as propriedades físicas das cerâmicas cristalinas e produzir sais de sílica-fluoreto insolúveis que podem interferem na adesão (Fabianelli et al., 2010; Queiroz et al., 2012).

6.2 Resultados

De acordo com os resultados deste estudo, a primeira hipótese de nulidade foi parcialmente aceita; pois, o tratamento de superfície com plasma não térmico de argônio não apresentou influência sobre a resistência de união no substrato esmalte, entretanto, sobre dentina e cerâmica de dissilicato de lítio gerou diferenças estaticamente significantes.

Em relação aos substratos dentais, as diferenças encontradas no resultado deste estudo podem estar associadas a constituição dos tecidos dentais. O esmalte é um tecido muito mineralizado composto principalmente por mineral de hidroxiapatita 97% enquanto a dentina é composta por 70% em peso de material inorgânico (mineral), 20% em peso de material orgânico (matriz de colágeno) e 10% em peso de fluidos orais (principalmente água) (Xu et al., 2009). Carbono (C), oxigênio (O), nitrogênio (N), cálcio (Ca) e fósforo (P) puderam ser detectados tanto na dentina quanto no esmalte (Chen et al., 2013).

O tratamento de superfície com plasma não térmico de argônio no substrato esmalte demonstrou resultados muito interessantes. Foi possível observar que nos dois tempos de aplicação: 30 s e 1 min, houve aumento nos valores das médias do teste de resistência de união. Entretanto, esses valores não foram considerados estatisticamente significantes.

Os nossos resultados indicam que o tratamento de superfície com plasma pode ter melhorado a hidrofília do tecido mineral inorgânico, explicando dessa

forma os valores encontrados para o esmalte; que apesar de não terem sido quantitativamente suficientes para evidenciar uma diferença estatisticamente significativa, demonstram, a nosso ver, uma tendência na melhoria de resistência de união. Chen et al. (2013) observaram um aumento no ângulo de contato da superfície do esmalte que recebeu tratamento com plasma com uma potência de 5 W por 5 e 30 s em seu estudo, o que poderia justificar a tendência de aumento da resistência de união observada. No entanto, se fazem necessários estudos complementares avaliando tempos e potências de aplicação do plasma sobre a superfície do esmalte, para elucidar a interação PLA/esmalte; que é pouco evidenciada na literatura científica.

Através das imagens de microscopia eletrônica de varredura foi possível observar que para o substrato esmalte não se observa uma alteração superficial nos grupos que receberam tratamento somente com o plasma em comparação ao grupo controle. Esses dados estão de acordo com estudo anterior onde a morfologia do esmalte não foi influenciada pelo tratamento com o plasma (Sun et al., 2010). A primeira justificativa pode estar no fato de que por ser um tecido mais mineralizado, o esmalte é mais resistente à corrosão por plasma, de modo que a morfologia da superfície primária não foi alterada (Chen et al., 2013). A segunda hipótese pode estar relacionada a potência de aplicação 50 W em nosso estudo, em comparação a estudo anterior onde os autores encontraram diferenças (Inagaki et al., 1999).

No substrato dentinário as superfícies que receberam o tratamento com o plasma apresentaram médias de resistência de união consideravelmente maiores que o grupo onde houve o pré-tratamento da dentina com o ácido fosfórico a 37%. Para a dentina consideramos que o plasma foi capaz de permitir uma melhor interação dos cimentos com as superfícies poliméricas, tais como as fibras de colágeno, e propiciar o aumento na resistência de união (Gilliam, 2007). Nossos resultados estão de acordo com estudos já descritos na literatura

(Ayres et al., 2018). A literatura sugere que a aplicação do PLA é capaz de beneficiar a polimerização do adesivo, especialmente na interface dentinária (Zhang et al., 2014). O PLA pode levar a um aumento na energia de superfície e produzir características hidrofílicas na superfície de sólidos, devido à remoção de hidrocarbonetos e a introdução de grupos hidroxila (Ritts et al., 2010; Zhang et al., 2014; Dong et al., 2013).

Segundo Chen et al. (2013), após 30 s de tratamento com plasma, a porcentagem atômica de carbono (C) diminuiu para o substrato dentinário, sugerindo que ligações de C foram removidas pelo tratamento. A literatura supõe que minerais e partículas de carga mais hidrofílicas podem ser expostas ocasionando uma maior hidrofília da superfície.

Uma variável importante na durabilidade, qualidade e eficácia da adesão dentinária baseia-se na infiltração e polimerização de monômeros resinosos dentro das redes de fibras de colágeno expostas por uma ação ácida, e na criação da estrutura denominada "camada híbrida". Esta estrutura é considerada o principal mecanismo de retenção dos sistemas adesivos e também tem a função de selar a dentina prevenindo sensibilidade pós-operatória e cáries secundárias (Van Meerbeek et al., 2011).

Para o substrato dentinário é perceptível a alteração superficial pelo PLA. É possível observar a presença de dentina peritubular no grupo com tratamento ácido e a sua ausência nos grupos que receberam o tratamento com o plasma. As superfícies que receberam o tratamento com plasma também aparentam ter mais *tags* dentro dos túbulos dentinários, concordando com a literatura onde o aumento da hidrofiliabilidade induz melhores ligações entre os substratos (Chen et al., 2013).

Por se tratar de sua natureza não térmica, o plasma não térmico de argônio poderia ser facilmente utilizado sem causar qualquer sensação de calor ou dor. Nossos resultados indicam que o tratamento efetivamente modifica a

superfície dentinária, o que poderia ser usado para melhorar a adesão durante o procedimento restaurador, ainda permitindo a eliminação do uso do ácido fosfórico dentro da cavidade bucal (Franco et al., 2015).

O plasma não térmico ou frio utilizado em nosso estudo, é constituído por gases ionizados que atuam por uma ativação iônica em íons, elétrons, radicais livres e nêutrons excitados eletronicamente. A literatura nos relata que os plasmas, incluindo os térmicos e não térmicos, são capazes de modificar a superfície e remover matéria orgânica através da quebra de ligações CC e CH. Essas espécies reativas podem então se ligar a outros átomos ou grupos funcionais disponíveis (Liu et al., 2016).

A modificação da superfície dentária pode ocorrer pelo processo de condicionamento ácido ou ablação no caso do PLA. A literatura relata que o percentual atômico de carbono e a porcentagem de nitrogênio diminuiu para dentina e esmalte após o tratamento com PLA. A porcentagem atômica dos elementos oxigênio, cálcio e fósforo aumentou na dentina e no esmalte; e em compostos resinosos foi observada alterações nos sítios de silício e zircônio, ítrio e flúor. A relação entre o oxigênio e o carbono aumentou consideravelmente, sugerindo que novos grupos contendo oxigênio foram formados nas superfícies após o tratamento com plasma (Chen et al., 2013).

Para a superfície da cerâmica, nossos resultados demonstraram que o tratamento de superfície foi o fator determinante ($p=0,00$). Sendo que as superfícies que receberam o tratamento com plasma diminuíram drasticamente os valores da resistência de união. Em estudo anterior os autores observaram que, apesar da superfície de amostras que receberam o tratamento com plasma se tornarem mais polarizadas, os espécimes tratados com HF exibiram valores de rugosidade estatisticamente maiores (Vechiato Filho et al., 2014, Dos Santos et al., 2016). O tratamento com PLA já demonstrou uma possibilidade viável ao tratamento de superfície no tempo de 1 min, em uma cerâmica ácido-resistente

(Zircônia). Podemos considerar que o protocolo estabelecido com o tipo de plasma e equipamento utilizado pode não ter sido efetivo sobre o dissilicato de lítio; o que não significa que outros protocolos de tratamento não possam obter melhores resultados (Vilas Boas Fernandes Júnior et al., 2018).

Para avaliar a qualidade da ligação, os dados do teste de resistência de união devem ser associados à análise microscópica das superfícies de fratura. O modo de falha e as análises fractográficas fornecem informações mais consistentes que conduzem a previsões de desempenho clínico do material (Della Bona et al., 2003; Filho et al., 2004). No presente trabalho os modos de falha foram examinados sob microscopia óptica para obter informações sobre o provável sucesso ou falha dos métodos de tratamento. Foram identificadas falhas mistas e adesivas. Para o substrato do esmalte e da dentina, identificamos a prevalência de falhas mistas. Para a cerâmica consideramos que a aplicação do PLA na superfície, foi um insucesso. Uma porcentagem grande de falhas pré-testes foi observada, nos levando a concluir que o tratamento com PLA não foi capaz de alterar a estrutura do dissilicato de lítio.

Na sequência, a segunda hipótese de nulidade de estudo foi rejeitada. O tipo de cimento adesivo apresentou influência nos valores da resistência de união aos substratos: esmalte, dentina e cerâmica de dissilicato de lítio. Em parâmetros gerais, foi possível observar que o cimento fotoativado Variolink LC apresentou menores valores quando comparado aos cimentos duais Variolink N e Panavia V5, em todas as condições presentes neste estudo. Este é um resultado promissor, considerando que a técnica de laminados cerâmicos preconiza um mínimo desgaste dental e a força de adesão está relacionada diretamente ao material selecionado para o protocolo de cimentação. Cimentos duais que garantem uma estabilidade de cor e ainda permitem uma melhora na resistência de união tornam-se materiais de primeira escolha. Nossos resultados divergem de estudo anterior, onde os resultados foram opostos, avaliando cimentos

fotopolimerizáveis e duais (Uctasli et al., 1994).

E por último, a terceira hipótese de que o tratamento de superfície com plasma não térmico de argônio não modifica a estrutura orgânica e inorgânica dos substratos dentais foi parcialmente rejeitada.

Foi possível uma análise observacional através do FTIR de alterações circunstanciais na dentina e no esmalte (Okulus et al., 2015; Okulus et al., 2017).

No esmalte observamos espectros de absorbância dos grupos água, fosfato e carbonato (Sanches et al., 2009). Para as bandas do CO_3^{2-} podemos observar que as condições de tratamentos envolvendo o plasma se mantiveram aparentemente iguais.

Na dentina observamos espectros de absorbância dos grupos água, amida I, II e III, fosfato, carbonato e anéis Pirrolidínicos. Os grupos das amidas e os anéis Pirrolidínicos demonstram a banda de colágeno na dentina (Botta et al., 2012).

O espectro de absorbância do OH, demonstram a presença da água no substrato dentinário. Em comparação com o grupo controle, houve um aumento na absorbância de OH, quando aplicado tratamento com o ácido. Isso se justifica, pelo fato da dentina ser um substrato permeado por túbulos que após o condicionamento ácido apresenta um aumento da sua condutância hidráulica. No grupo com o tratamento do plasma, observamos o efeito contrário, a banda de referência ao OH teve uma diminuição. Isso é um fato importante, pois a água está relacionada a degradação hidrolítica da camada híbrida afetando a resistência longitudinal da interface adesiva (Botta et al., 2012).

Nas bandas de referência ao grupo Amida e anéis percebemos que no grupo ácido ocorre a desmineralização do substrato, deixando em evidência as bandas referentes a presença de colágeno. Já no grupo referente ao tratamento com plasma, nota-se que o espectro de absorbância foi semelhante ao grupo

controle para todos os componentes químicos observados. Isso, pode ser justificado, pelo fato, de que a dentina não foi desmineralizada pelo ácido. Essa observação nos indica que o tratamento com o plasma não altera a constituição química da dentina o que poderia favorecer a adesão química, porque permanecem os grupos fosfato e carbonato diretamente correlacionados a hidroxiapatita, e permite a ligação do cálcio aos monômeros presentes nos adesivos. Nossos resultados estão de acordo com estudos anteriores onde a banda referente a estrutura do colágeno I não apresentaram alterações com aplicação do PLA quando comparados aos dos respectivos grupos controle (Chen et al., 2012, 2013; Ayres et al., 2018).

Sabemos que dentre as limitações do estudo estão a não avaliação longitudinal da adesão promovida pelo PLA e da sua ação sobre os substratos; assim como a validação do protocolo tempo/intensidade de aplicação sobre a cerâmica. Mas fica também evidente que existe uma possibilidade de mudança de um paradigma com relação à adesão. Ainda são necessários muito estudos que corroborem os dados presentes até então na literatura, para que haja uma indicação de aplicação clínica nos substratos dentais. Porém, certamente, temos a possibilidade de empregar um método que agride menos os tecidos e consequentemente pode preservar a estrutura dental por mais tempo.

7 CONCLUSÃO

Baseando-se na metodologia e nos resultados obtidos nesse estudo é possível concluir:

I – Com relação à resistência de união dos cimentos resinosos aos substratos:

- Esmalte: o tratamento de superfície com PLA, em qualquer um dos tempos propostos (30 s ou 1 min), não apresentou diferença estatisticamente significativa, quando comparado ao tratamento padrão com ácido fosfórico;

- Dentina: o tratamento de superfície com PLA por 30 s (grupo DPS) aumentou significativamente a resistência de união em relação aos demais grupos.

- Cerâmica: o tratamento de superfície com PLA, em qualquer um dos tempos propostos (30 s ou 1 min), apresentou diferença estatisticamente significativa, diminuindo a resistência de união, quando comparado ao tratamento padrão com ácido fluorídrico.

- Cimentos resinosos: os cimentos resinosos duais (Variolink N e Panavia V5) apresentaram maiores valores de resistência de união, estatisticamente significantes, quando comparados ao cimento fotoativado (Variolink LC), independentemente do substrato (esmalte, dentina e cerâmica).

II – Com relação às alterações estruturais dos substratos dentais promovidas pelos diferentes tratamentos de superfície:

- Esmalte: o tratamento com PLA não alterou comparado ao grupo

controle.

- Dentina: o tratamento com PLA não alterou comparado ao grupo controle.

REFERÊNCIAS*

- Abreu JL, Prado M, Simão RA, Silva EM, Dias KR. Effect of Non-Thermal Argon Plasma on Bond Strength of a Self-Etch Adhesive System to NaOCl-Treated Dentin. *Braz Dent J*. 2016;27(4):446-51.
- Aguilar-Mendoza JA, Rosales-Leal JI, Rodríguez-Valverde MA, González-López S, Cabrerizo-Vílchez MA. Wettability and bonding of self-etching dental adhesives. Influence of the smear layer. *Dent Mater*. 2008;24(7):994-1000.
- Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent*. 2014;42(1):90-8.
- Attri P, Kim YH, Park DH, Park JH, Hong YJ, Uhm HS, et al. Generation mechanism of hydroxyl radical species and its lifetime prediction during the plasma-initiated ultraviolet (UV) photolysis. *Sci Rep*. 2015;5:9332.
- Augusto MG, Torres C, Pucci CR, Schlueter N, Borges AB. Bond stability of a universal adhesive system to eroded/abraded dentin after deproteinization. *Oper Dent*. 2018;43(3):291-300.
- Ayres AP, Freitas PH, De Munck J, Vananroye A, Clasen C, Dias CDS, et al. Benefits of Nonthermal Atmospheric Plasma Treatment on Dentin Adhesion. *Oper Dent*. 2018;43(6):E288-E99.
- Ayres AP, Bonvent JJ, Mogilevych B, Soares LES, Martin AA, Ambrosano GM, et al. Effect of non-thermal atmospheric plasma on the dentin-surface topography and composition and on the bond strength of a universal adhesive. *Eur J Oral Sci*. 2018;126(1):53-65.
- Barcellos DC, Fonseca BM, Pucci CR, Cavalcanti B, Persici ES, Gonçalves SE. Zn-doped etch-and-rinse model dentin adhesives: Dentin bond integrity, biocompatibility, and properties. *Dent Mater*. 2016;32(7):940-50.
- Behle C. Flowable composites: properties and applications. *Pract Periodontics Aesthet Dent*. 1998;10(3):347, 350-1.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 25 jun 2017]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Botta SB, Ana PA, Santos MO, Zezell DM, Matos AB. Effect of dental tissue conditioners and matrix metalloproteinase inhibitors on type I collagen microstructure analyzed by Fourier transform infrared spectroscopy. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2012;100(4):1009-16.

Canullo L, Micarelli C, Bettazzoni L, Magnelli A, Baldissara P. Shear bond strength of veneering porcelain to zirconia after argon plasma treatment. *Int J Prosthodont*. 2014;27(2):137-9.

Carvalho RLA. Efeito dos diferentes tratamentos de superfície na resistência à fadiga do dissilicato de lítio [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, 2016.

Chen M, Zhang Y, Yao X, Li H, Yu Q, Wang Y. Effect of a non-thermal, atmospheric-pressure, plasma brush on conversion of model self-etch adhesive formulations compared to conventional photo-polymerization. *Dent Mater*. 2012;28(12):1232-9.

Chen M, Zhang Y, Sky Driver M, Caruso AN, Yu Q, Wang Y. Surface modification of several dental substrates by non-thermal, atmospheric plasma brush. *Dent Mater*. 2013;29(8):871-80.

Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont*. 2002;15(2):159-67.

Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater*. 2003;19(8):693-9.

Dong X, Ritts AC, Staller C, Yu Q, Chen M, Wang Y. Evaluation of plasma treatment effects on improving adhesive-dentin bonding by using the same tooth controls and varying cross-sectional surface areas. *Eur J Oral Sci*. 2013;121(4):355-62.

Dos Santos DM, da Silva EV, Vechiato-Filho AJ, Cesar PF, Rangel EC, da Cruz NC, et al. Aging effect of atmospheric air on lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. *J Prosthet Dent*. 2016;115(6):780-7.

Duan Y, Huang C, Yu QS. Cold plasma brush generated at atmospheric pressure. *Rev Sci Instrum*. 2007;78(1):015104.

Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, et al: The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent.* 2010; 38:39-43.

Feitosa FA, de Araújo RM, Tay FR, Niu L, Pucci CR. Effect of high-power-laser with and without graphite coating on bonding of resin cement to lithium disilicate ceramic. *Sci Rep.* 2017;7(1):17422.

Filho AM, Vieira LC, Araújo E, Monteiro Júnior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont.* 2004;13(1):28-35.

Franco LT. Avaliação do efeito do plasma não térmico na resistência adesiva à dentina superficial e profunda [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, 2016.

Gilliam M, Yu Q. Surface modification of a group of polymers using a low temperature cascade arc torch. *J Appl Polym Sci.* 2007;105:360-72.

Gonçalves SE, de Araujo MA, Damião AJ. Dentin bond strength: influence of laser irradiation, acid etching, and hypermineralization. *J Clin Laser Med Surg.* 1999;17(2):77-85.

Guruprasada, Rivankar N, Dhiman RK, Viswambaran M. Evaluation of the effect of surface preparation using phosphoric acid and luting cement on the flexural strength of porcelain laminate veneering material. *Med J Armed Forces India.* 2015;71(Suppl 2):S299-305.

Han GJ, Chung SN, Chun BH, Kim CK, Oh KH, Cho BH. Effect of the applied power of atmospheric pressure plasma on the adhesion of composite resin to dental ceramic. *J Adhes Dent.* 2012;14(5):461-9.

Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, et al. Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *J Dent.* 2012;40(6):475-84.

Hoorizad Ganjkar M, Heshmat H, Hassan Ahangari R. Evaluation of the effect of porcelain laminate thickness on degree of conversion of light cure and dual cure resin cements using FTIR. *J Dent (Shiraz).* 2017;18(1):30-6.

Inagaki N, Tasaka S, Umehara T. Effects of surface modification by remote hydrogen plasma on adhesion in poly(tetrafluoroethylene)/copper composites. *Journal of Applied Polymer Science*. 1999;71(13):2191-200.

Jablonowski L, Fricke K, Matthes R, Holtfreter B, Schlüter R, von Woedtke T, et al. Removal of naturally grown human biofilm with an atmospheric pressure plasma jet: An in-vitro study. *J Biophotonics*. 2017;10(5):718-26.

Jha N, Ryu JJ, Choi EH, Kaushik NK. Generation and Role of Reactive Oxygen and Nitrogen Species Induced by Plasma, Lasers, Chemical Agents, and Other Systems in Dentistry. *Oxid Med Cell Longev*. 2017;2017:7542540.

Kieft IE, Broers JL, Caubet-Hilloutou V, Slaaf DW, Ramaekers FC, Stoffels E. Electric discharge plasmas influence attachment of cultured CHO K1 cells. *Bioelectromagnetics*. 2004;25(5):362-8.

Kim GC, Lee HW, Byun JH, Chung J, Jeon YC, Lee JK. Dental Applications of Low-Temperature Nonthermal Plasmas. *Plasma Process Polym*. 2013;10:199–206.

Koban I, Duske K, Jablonowski L, Schröder K, Nebe B, Sietmann R, et al. Atmospheric plasma enhances wettability and osteoblast spreading on dentin in vitro: proof-of-principle. *Plasma Process Polym*. 2011:975–82.

Kumar Ch S, Sarada P, Reddy Ch S, Reddy M S, Dsv N. Plasma torch toothbrush a new insight in fear free dentistry. *J Clin Diagn Res*. 2014;8(6):ZE07-10.

Lee H-U, Kang Y-H, Jeong S-Y, Koh K, Kim J-P, Bae J-S, et al. Long term aging characteristics of atmospheric plasma treated poly(ϵ -caprolactone) films and fibres. *Polym Degrad Stabil*. 2018;96(7):1204-9.

Lenzi TL, Guglielmi Cde A, Arana-Chavez VE, Raggio DP. Tubule density and diameter in coronal dentin from primary and permanent human teeth. *Microsc Microanal*. 2013;19(6):1445-9.

Lise DP, Perdigão J, Van Ende A, Zidan O, Lopes GC. Microshear bond strength of resin cements to lithium disilicate substrates as a function of surface preparation. *Oper Dent*. 2015;40(5):524-32.

Liu Y, Liu Q, Yu QS, Wang Y. Nonthermal atmospheric plasmas in dental restoration. *J Dent Res*. 2016;95(5):496-505.

Loh JH. Plasma surface modification in biomedical applications. *Med Device Technol.* 1999;10(1):24-30.

Naumova EA, Ernst S, Schaper K, Arnold WH, Piwowarczyk A. Adhesion of different resin cements to enamel and dentin. *Dent Mater J.* 2016;35(3):345-52.

Okulus Z, Strzemieska B, Czarnecka B, Buchwald T, Voelkel A. Surface energy of bovine dentin and enamel by means of inverse gas chromatography. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2015;49:382-9.

Okulus Z, Buchwald T, Czarnecka B, Voelkel A. The effect of bonding system application on surface characteristics of bovine dentin and enamel. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2017;76:1224-31.

Oztürk E, Bolay S. Survival of porcelain laminate veneers with different degrees of dentin exposure: 2-year clinical results. *J Adhes Dent.* 2014;16(5):481-9.

Pierdzioch P, Hartwig S, Herbst SR, Raguse JD, Dommisch H, Abu-Sirhan S, et al. Cold plasma: a novel approach to treat infected dentin-a combined ex vivo and in vitro study. *Clin Oral Investig.* 2016;20(9):2429-35.

Queiroz JR, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE, et al. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dent Mater.* 2012;28:189-96.

Ranjan R, Krishnamraju PV, Shankar T, Gowd S. Nonthermal Plasma in Dentistry: An Update. *J Int Soc Prev Community Dent.* 2017;7(3):71-5.

Ritts AC, Li H, Yu Q, Xu C, Yao X, Hong L, et al. Dentin surface treatment using a non-thermal argon plasma brush for interfacial bonding improvement in composite restoration. *Eur J Oral Sci.* 2010;118(5):510-6.

Sanches RP, Raniero JL, Soares LES, Martin AA, Miyakawa W, Santo AME. Caracterização química e estrutural de dentes bovinos por meio de técnicas de espectroscopias e microscopia. In: XIII Encontro Latino Americano de Iniciação Científica, 2009, São José dos Campos, SP. Resumos do XIII Encontro Latino Americano de Iniciação Científica, 2009.

Sun P, Pan J, Tian Y, Bai N, Wu H, Wang L, et al. Tooth whitening with hydrogen peroxide assisted by a direct-current cold atmospheric-pressure air plasma microjet. *IEEE Trans Plasma Sci.* 2010;38:1892-6.

Sundfeld D, Palialol ARM, Fugolin APP, Ambrosano GMB, Correr-Sobrinho L, Martins LRM, et al. The effect of hydrofluoric acid and resin cement formulation on the bond strength to lithium disilicate ceramic. *Braz Oral Res.* 2018;32:e43.

Sung SJ, Huh JB, Yun MJ, Chang BM, Jeong CM, Jeon YC. Sterilization effect of atmospheric pressure non-thermal air plasma on dental instruments. *J Adv Prosthodont.* 2013;5(1):2-8.

Uctasli S, Hasanreisoglu U, Wilson HJ. The attenuation of radiation by porcelain and its effect on polymerization of resin cements. *J Oral Rehabil.* 1994;21(5):565-75.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003;28(3):215-35.

Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011;27(1):17-28.

Vechiato Filho AJ, dos Santos DM, Goiato MC, de Medeiros RA, Moreno A, Bonatto LaR, et al. Surface characterization of lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. *J Prosthet Dent.* 2014;112(5):1156-63.

Vichi A, Ferrari M, Davidson CL. Color and opacity variations in three different resin-based composite products after water aging. *Dent Mater.* 2004;20(6):530-4.

Vieira HH, Catelan A, Alves Nunes Leite Lima D, Baggio Aguiar FH, Caldas Giorgi MC, et al. Influence of matrix type on microshear bond strength test. *Dental Cadmos.* 2016;84(5):314-8.

Vilas Boas Fernandes Júnior V, Barbosa Dantas DC, Bresciani E, Rocha Lima Huhtala MF. Evaluation of the bond strength and characteristics of zirconia after different surface treatments. *J Prosthet Dent.* 2018; 120(6):955-9.

Vinod Kumar G, Soorya Poduval T, Bipin Reddy, Shesha Reddy P. A study on provisional cements, cementation techniques, and their effects on bonding of porcelain laminate veneers. *J Indian Prosthodont Soc.* 2014;14(1):42-9.

Xu HH. Long-term water-aging of whisker-reinforced polymer-matrix composites. *J Dent Res*. 2003;82(1):48-52.

Yavirach P, Chaijareenont P, Boonyawan D, Pattamapun K, Tunma S, Takahashi H, et al. Effects of plasma treatment on the shear bond strength between fiber-reinforced composite posts and resin composite for core build-up. *Dent Mater J*. 2009;28(6):686-92.

Zhang Y, Yu Q, Wang Y. Non-thermal atmospheric plasmas in dental restoration: improved resin adhesive penetration. *J Dent*. 2014;42(8):1033-42.