



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
FACULDADE DE FARMÁCIA, ODONTOLOGIA E ENFERMAGEM
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

DANIELA NUNES PINTO

**EFEITO DO PLASMA DE ARGÔNIO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE DUAS
TÉCNICAS ADESIVAS EM SUBSTRATOS DE ESMALTE E DENTINA
HUMANOS HÍGIDOS E DESMINERALIZADOS**

FORTALEZA

2018

DANIELA NUNES PINTO

EFEITO DO PLASMA DE ARGÔNIO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE DUAS
TÉCNICAS ADESIVAS EM SUBSTRATOS DE ESMALTE E DENTINA HUMANOS
HÍGIDOS E DESMINERALIZADOS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de doutora em Odontologia. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Orientadora: Prof^ª. Dra. Iriana Carla Junqueira Zanin dos Santos.

FORTALEZA

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca Universitária

Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

P727e Pinto, Daniela Nunes.

Efeito do plasma de argônio na resistência de união de duas técnicas adesivas em substratos de esmalte e dentina humanos hígidos e desmineralizados / Daniela Nunes Pinto. – 2018.

73 f. : il. color.

Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Fortaleza, 2018.

Orientação: Profa. Dra. Iriana Carla Junqueira Zanin dos Santos.

1. Adesivos dentinários. 2. Cárie dentária. 3. Gases em plasma. I. Título.

CDD 617.6

DANIELA NUNES PINTO

EFEITO DO PLASMA DE ARGÔNIO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE DUAS
TÉCNICAS ADESIVAS EM SUBSTRATOS DE ESMALTE E DENTINA HUMANOS
HÍGIDOS E DESMINERALIZADOS.

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de doutora em Odontologia. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Aprovada em ___/___/___

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Iriana Carla Junqueira Zanin dos Santos (Orientadora)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Profa. Dra. Lidiany Karla Azevedo Rodrigues Gerage
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Profa. Dra. Vanara Florêncio Passos
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof^a. Dra. Maria Denise Rodrigues de Moraes Bezerra
Universidade de Fortaleza (UNIFOR)

Prof^a. Dra. Ramille Araújo Lima
Centro Universitário Christus (UNICHRISTUS)

Aos meus pais, João Nunes Pinheiro (*In memoriam*) e Maria de Lourdes Negreiros Nunes, por todo incentivo na minha vida e jornada profissional.

AGRADECIMENTOS

À **Universidade Federal do Ceará**, na pessoa do Reitor **Prof. Dr. Henry de Holanda Campos**; à **Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem**, na pessoa da diretora **Prof^a. Dra. Lidiany Karla Azevedo Rodrigues Gerade**; ao **Curso de Odontologia**, na pessoa do coordenador **Prof. D^{ra}. Ana Karine Macedo Teixeira**; ao **Programa de Pós-Graduação em Odontologia**, na pessoa do coordenador **Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão Sabóia**, por fazerem desta instituição uma das melhores.

À **CAPES**, pelo financiamento do projeto desta pesquisa.

Aos **professores do curso de Pós-Graduação em Odontologia** da UFC, pelos ensinamentos transmitidos em sala de aula.

Aos funcionários da pós-graduação, **David Queiroz de Freitas, Joana Karla de Assis Pinheiro** e, principalmente, ao **Rafael Maia Reis**, pela dedicação e disponibilidade em ajudar.

À Central Analítica - UFC/CT - INFRA/MCTI - SISNANO/Pró-Equipamentos CAPES (UFC), nas pessoas do Prof. Dr. **Emílio de Castro Miguel** e toda à equipe, por disponibilizar o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

À banca, composta pelas professoras **Iriana Carla Junqueira Zanin dos Santos, Lidiany Karla Azevedo Rodrigues Gerage, Vanara Florêncio Passos, Maria Denise Rodrigues de Moraes Bezerra, Ramille de Araújo Lima, Francisco César Barroso Barbosa, Juliana Lima Paiva** por terem aceitado o convite, pelo tempo dedicado e pelas considerações.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A **Deus**, pelo dom da vida, por ser meu porto seguro.

Aos meus pais, pelos ensinamentos que me tornaram uma pessoa forte e destemida.

À minha família, em especial Ana Paula Negreiros Nunes Alves, pelo incentivo da minha vida acadêmica.

A meu esposo tão amado, **Marcílio Rodrigues Pinto**, meu eterno companheiro, pelo apoio incondicional, quem me ajudou nos momentos difíceis, principalmente junto às minhas filhas, **Maria Eduarda Nunes Pinto e Letícia Maria Nunes Pinto**, minhas pedras preciosas, ocupando sempre o lugar na minha ausência.

À minha tão querida Orientadora **Prof^ª. Dra. Iriana Carla Junqueira Zanin dos Santos**, por todo apoio e conhecimento transmitido, confiança. Sempre muito batalhadora, com uma Fortaleza e garra que nada lhe abate, porém sempre tão doce! Deus está sempre presente em sua vida. Obrigada pelas palavras de estímulos diante dos desânimos.

À **Prof^ª. Dra. Lidiany Karla Azevedo Rodrigues Gerade**, por toda paciência, tranquilidade, conhecimentos repassados e pelas diversas vezes que me recebeu em sua sala. Obrigada por contribuir, de forma tão gentil, com minha formação profissional e pessoal.

À **Prof^ª. Dra. Simone Duarte**, pelas orientações e sugestões a respeito do projeto, por ter cedido o equipamento do plasma, sem o qual não seria possível a realização deste trabalho.

Ao **prof. Dr. Vitor Pinheiro Feitosa**, pelo apoio e pela orientação no laboratório de pesquisa, sempre disponível e dirimindo todas as minhas dúvidas.

Ao **prof. Dr. Paulo Goberlânio Barros Silva**, por ter sido um anjo em minha vida acadêmica, obrigada pela estatística e por abrir os caminhos da docência para mim.

Aos amigos de pesquisa, dos choros no laboratório de microbiologia, contaminação pela bactéria do choro, **Adália Samara Gadelha de Holanda Lima, Héllen Súzany Freire Silva , Roberto Haniery Ponte Alves**, pela amizade, pelo

apoio e pela união nos momentos de desespero e alegria quando tudo corria bem e por se fazerem presentes em todas as etapas da pesquisa.

Em especial, a minha grande amiga, **Héllen Súzany Freire Silva**, por toda paciência, ajuda nas análises e formatação da minha tese! Sem você o caminho teria sido bem mais árduo.

Às queridas amigas **Karla Shangela da Silva Alves e Paula Ventura da Silveira**, que sempre torceram para que tudo corresse bem.

Aos alunos de iniciação à pesquisa, **Cibele Sales Rabelo e Victor Monteiro de Pontes**, pela ajuda na fase microbiológica da pesquisa.

Aos amigos do laboratório, **Ernanda Sales, Jaqueline Nojosa, Talita Arrais, Salma Araújo, Marcelo Sidou, Samuel Carvalho, Diego Martins, Nara Sena, Elisa Martins e Elisa Lima Verde** pela ajuda com a metodologia e pelas palavras de incentivo, tornando tudo mais fácil.

Aos cirurgiões dentistas **Marcílio Rodrigues Pinto, Renato Luís Maia Nogueira, Lécio Pitombeira Pinto e Fernanda Helena Bernardi** que coletaram os dentes utilizados nesta pesquisa.

“Seja forte e corajoso! Não se apavore, nem se desanime, pois, o Senhor, o seu Deus, estará com você por onde você andar.”

Josué 1:9 – Bíblia Sagrada

RESUMO

O objetivo deste estudo foi determinar o efeito do plasma de argônio na força de união de duas técnicas adesivas em substratos de esmalte e dentina humanos hígidos e desmineralizados. Os espécimes foram selecionados a partir da dureza de superfície inicial. Para desmineralização de metade dos espécimes foi utilizado modelo microbiológico de biofilme com troca periódica de nutrientes e presença de sacarose utilizando *Streptococcus mutans* UA159. Os biofilmes foram incubados a 37°C e 5% de CO₂ durante cinco dias. As técnicas de condicionamento total e autocondicionante foram testadas utilizando o adesivo *Single Bond Universal* e a resina Z100®, seguindo as recomendações do fabricante. A partir das coroas, foram obtidos palitos de aproximadamente 0,9 mm² para a técnica de microtração, enquanto as meias coroas foram mantidas intactas para técnica de cisalhamento. Os blocos hígidos ou desmineralizados foram divididos aleatoriamente em três grupos (n=5) e submetidos aos seguintes tratamentos: controle não tratado, plasma de argônio, gás de argônio. A amostra das meias coroas e coroas foram divididos em seis grupos (n = 5), de acordo com as duas técnicas adesivas e submetidos aos mesmos tratamentos. Nos blocos, foram feitas as análises de microdureza de superfície, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia micro-raman e ângulo de contato. As meias coroas de esmalte foram avaliadas pela técnica de cisalhamento enquanto as coroas de dentina foram avaliadas pela técnica de microtração. A normalidade dos dados foi analisada através do teste Kolmogorov-Smirnov, com nível de significância de 5%. Os resultados foram submetidos a análise de variância ANOVA de um, dois ou três fatores. O pós-teste utilizado foi o teste de Bonferroni. O tratamento com plasma de argônio não alterou a microdureza de nenhum grupo, assim como a morfologia de superfície do esmalte e dentina hígidos e esmalte desmineralizado, entretanto observou-se uma maior abertura dos túbulos dentinários na dentina desmineralizada dos grupos de plasma e do argônio. Na técnica de micro-raman foram observadas alterações somente para o carbonato na estrutura do esmalte desmineralizado tratado com o gás argônio. Os resultados do ângulo de contato demonstraram que a molhabilidade dos substratos de dentina desmineralizada foi melhorada pelo tratamento com o plasma e com o gás de argônio.

No esmalte hígido e desmineralizado, os tratamentos não alteraram o ângulo de contato das amostras. O uso do plasma não aumentou a adesão ao esmalte hígido e desmineralizado por biofilme, apesar de os dentes desmineralizados apresentarem menor resistência ao cisalhamento do que os dentes hígidos ($p < 0,05$). A técnica de condicionamento total apresentou maior média ($\pm 7,857$) em relação à técnica autocondicionante. Com relação a dentina, os tratamentos não tiveram efeito na resistência de união ($p > 0,05$) e a técnica adesiva de condicionamento total também apresentou uma maior média ($\pm 27,428$). Nas condições testadas, o uso do plasma de argônio não alterou as propriedades do esmalte e dentina hígidos, apresentando melhora na molhabilidade da dentina desmineralizada por biofilme.

Palavras-chave: Adesivos dentinários. Cárie dentária. Gases em plasma.

ABSTRACT

The aim of this study was to determine the effect of argon plasma on the bond strength of two adhesive techniques on healthy and demineralized human enamel and dentin substrates. The blocks were selected from the initial surface hardness. For demineralization of half of the specimens, a microbiological biofilm model with periodic nutrient exchange and presence of sucrose were used using *Streptococcus mutans* UA159. Biofilms were incubated at 37°C and 5% of CO₂ for 5 days. Etch-and-rinse and self-etching techniques were tested using Single Bond Universal® adhesive and Z100® resin according to the manufacturer's instructions. From the crowns, beans sticks of approximately 0.9 mm² were obtained for the microtensile bond-strength test, while the half-crowns were kept intact for shear technique. Healthy or demineralized blocks were randomly divided into three groups (n = 5) and were submitted to the following treatments: untreated control, argon plasma, argon gas and untreated control. The sample of half-crowns and crowns were divided into six groups (n = 5), according to the two adhesive techniques and submitted to the same treatments. Surface microhardness, scanning electron microscopy, Micro-Raman spectroscopy and contact angle analyzes were performed on the blocks. Enamel half-crowns were evaluated by the shear bond strength test while dentin crowns were evaluated by the microtensile bond-strength test. The data normality was evaluated using Kolmogorov-Smirnov test, with significance level of 5%. Results were submitted to ANOVA analysis of one, two or three factors. The post-test used was the Bonferroni test. The treatment with plasma did not alter the microhardness as well as the surface morphology of healthy enamel, healthy dentin, and demineralized enamel. However, there was a greater opening of dentin tubules in the demineralized dentin of the plasma and argon groups. Changes in Micro-Raman technique were observed only for carbonate in the structure of demineralized enamel treated with the argon gas. The results of the contact angle demonstrated that the wettability of demineralized dentin substrates was improved by the treatment with plasma and with argon gas. In healthy and demineralized enamel, the treatments did not alter the contact angle. The use of plasma did not increase the adhesion to the healthy or biofilm-demineralized enamel, although demineralized teeth show less shear strength than the healthy teeth (p <0.05). Etch-and-rinse technique had a high average (7,857) than self-etching

technique. Regarding dentin, the treatments had no effect on micro-traction ($p>0.05$) and Etch-and-rinse technique had the highest average (27,428). Under the tested conditions, the use of argon plasma did not alter the properties of healthy substrates of enamel and dentin, improving wettability of biofilm-demineralized dentin.

Keywords: Dentin adhesives, Dental caries, Plasma gases.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| | |
|--|----|
| Fluxograma 1- Delineamento dos dentes da pesquisa..... | 30 |
| Figura 1 – Delineamento experimental dos espécimes 4x4x2 mm hígidos..... | 32 |
| Figura 2 – Delineamento experimental dos espécimes 4x4x2 mm desmineralizados. | 32 |
| Figura 3 – Delineamento experimental dos espécimes meias coroas de esmalte e coroas de dentina hígidos. | 33 |
| Figura 4 – Delineamento experimental dos espécimes meias coroas de esmalte e coroas de dentina desmineralizados. | 33 |
| Figura 5 – Indentações microdureza argônio hígido inicial e final. | 36 |
| Quadro 1 – Descrição dos tratamentos em espécimes de esmalte e dentina..... | 36 |
| Figura 6 – Medição Ângulo de contato em blocos de dentina desmineralizada após tratamento com o plasma. | 39 |
| Gráfico 1 – Espectroscopia Micro-Raman. Todos os picos esmalte hígidos e desmineralizados. | 46 |
| Gráfico 2 – Espectroscopia Micro-Raman. Todos os picos de dentina hígidos e desmineralizados. | 49 |
| Figura 7 – Fotos da MEV dos blocos de esmalte hígidos e desmineralizados, após tratamentos no aumento de 5000 x e 10000 x. | 51 |
| Figura 8 – Fotos da MEV dos blocos de dentina hígidos e desmineralizados, após tratamentos no aumento de 5000 x e 10000 x. | 52 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|----|
| Tabela 1 – Análise de Microdureza de Superfície dos blocos de esmalte, de acordo com os tratamentos (média ± DP)..... | 43 |
| Tabela 2 – Análise de Microdureza de Superfície dos blocos de dentina, de acordo com os tratamentos (média ± DP)..... | 43 |
| Tabela 3 – Análise de variância ANOVA (p-valor) - Resultados Micro-Raman em esmalte e dentina hígidos e desmineralizados..... | 44 |
| Tabela 4 – Dados do Micro-Raman para o Fosfato e Carbonato, após os tratamentos para os blocos esmalte hígidos e desmineralizados. | 45 |
| Tabela 5 – Dados de Micro-Raman para os picos de Fosfato, Carbonato e Amida I, após os tratamentos dos blocos de dentina hígidos e desmineralizados..... | 48 |
| Tabela 6 – Dados do Micro-Raman para os picos de Prolina, Hidroxiprolina e Amida I, após os tratamentos dos blocos de dentina hígidos e desmineralizados..... | 48 |
| Tabela 7 – Resultado dos p-valores do ângulo de contato em blocos de esmalte hígidos e desmineralizados após o tratamento. | 53 |
| Tabela 8 – Resultado dos p-valores do ângulo de contato nos blocos de dentina hígidos e desmineralizados. | 53 |
| Tabela 9 – Valores de resistência ao cisalhamento (+- DP), em megapascal (MPa), em substratos de esmalte submetidos a diferentes tratamentos e diferentes técnicas adesivas em meias coroas de esmalte hígidos e desmineralizados. | 54 |
| Tabela 10 – Valores de resistência de união (+- DP), em mega pascal (MPa), em substratos de dentina submetidos a diferentes tratamentos e diferentes técnicas adesivas em coroas de dentina hígidas e desmineralizadas..... | 54 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

| | |
|----------------|--|
| N ₂ | Nitrogênio |
| O ₂ | Oxigênio |
| He | Hélio |
| PBT | Plasma de baixa temperatura |
| 10-MDP | 10-metacrilóiloxidracil Dihidrogenofosfato |
| DBD | Descarga de barreira dielétrica |
| APPJ | Jato de plasma de pressão atmosférica |
| AR | Argônio |
| ARG | Argônio (grupo) |
| XPS | Espectroscopia de difração de raio X |
| MEV | Microscopia eletrônico de varredura |
| s | Segundos |
| Min | Minutos |
| HEMA | 2-hidroxietil metacrilato |
| BIS-GMA | Bisfenol A glicidilmetacrilato |
| MMPs | Metaloproteinases de matriz |
| 4 met | ácido 4- [2- (metacrilóiloxi) etoxicarbonil] ftálico |
| Phenyl-p | Fenil fosfato |
| PLA | Plasma |
| CON | Controle |
| INP | Instituto Leibniz de Ciências e Tecnologia de Plasma |

SUMÁRIO

| | |
|--|-----------|
| 1 INTRODUÇÃO | 16 |
| 2 REFERENCIAL TEÓRICO | 20 |
| 3 METODOLOGIA | 29 |
| 3.1 Aspectos éticos | 29 |
| 3.2 Cálculo da amostra | 29 |
| 3.3 Delineamento experimental | 29 |
| 3.4 Preparação das amostras | 34 |
| 3.5 Microdureza | 35 |
| 3.6 Aleatorização dos espécimes e divisão dos grupos | 36 |
| 3.7 Modelo microbiológico | 37 |
| 3.8 Tratamentos dos espécimes | 38 |
| 3.9 Medidas de ângulo de contato de superfície | 38 |
| 3.10 Aplicação dos adesivos | 39 |
| 3.11 Resistência ao Cisalhamento no esmalte | 40 |
| 3.12 Resistência de União à Microtração – dentina | 40 |
| 3.13 Espectroscopia Micro-Raman (FTR) | 41 |
| 3.14 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) | 42 |
| 3.15 Análise estatística | 42 |
| 4 RESULTADOS | 43 |
| 5 DISCUSSÃO | 55 |
| 7 CONCLUSÃO | 59 |
| REFERÊNCIAS | 61 |
| APÊNDICE A | 67 |
| APÊNDICE B | 68 |
| ANEXO A – APROVAÇÃO DO COMITÊ DE ÉTICA | 70 |

1 INTRODUÇÃO

Um dos grandes desafios da dentística restauradora e dos biomateriais é melhorar a longevidade das restaurações que têm entre as principais causas de falhas a contração de polimerização, a adesão inadequada do adesivo à dentina e a possibilidade de cáries secundárias (COLOMBO; MATAFORA; MORO, 2014).

O plasma pode ser definido como o quarto estado da matéria, e formado a partir da ionização de gases como argônio (AR), hélio, ozônio, gás oxigênio, nitrogênio (N₂), Heliox (mistura dos gases Hélio e Oxigênio) e ar (ARORA *et al.*, 2014; CHA, 2014; HOFFMANN; BERGANZA; ZHANG, 2013). São obtidos a baixas pressões e potências, de maneira que um plasma é considerado "frio" se apenas uma pequena fração das moléculas do gás estiver ionizada (KIM *et al.*, 2014). Essa nova engenharia é limpa e eficaz, tendo como vantagem a manutenção e higidez da parte interna da estrutura dos materiais, ficando inalterada após o tratamento (COLOMBO; MATAFORA; MORO, 2014). A ação do plasma nas superfícies pode ocorrer por erosão ou ablação, deposição de filme fino, modificação da superfície química e/ou física, ativação e limpeza (VON WOEDTKE *et al.*, 2013).

O plasma de pressão atmosférica e baixa temperatura está emergindo em todo o mundo e tem sido comparado ao desenvolvimento da tecnologia do *laser* na década de 1980 (WELTMANN *et al.*, 2009). Devido a isso, tem sido testado em várias especialidades da Odontologia, como nas áreas da Dentística, Endodontia, Implantodontia e Estomatologia. Os testes para aplicações odontológicas incluem tratamento de cárie dentária, esterilização (através da produção de radicais livres a partir de oxigênio e nitrogênio), inativação de biofilmes, desinfecção do canal radicular, aumento da força de união da dentina / compósito, aumento da energia de superfície, clareamento dental e melhora na adesão entre os substratos (ARORA *et al.*, 2014; DUARTE *et al.*, 2011; TEIXEIRA *et al.*, 2014).

A terapia com o Plasma de Baixa Temperatura (PBT) tem demonstrado efeitos colaterais mínimos, além da temperatura dele ser compatível com os tecidos mamíferos, o que incentiva sua utilização *in vivo* (FLUHR *et al.*, 2012). Duarte *et al.* (2011) demonstraram que a aplicação do PBT, por até 60 segundos, não é citotóxica para culturas de células de queratinócitos humanos, quando comparado com o

controle de fluxo de ar e a clorexidina 0,12% que, por sua vez, demonstrou extrema toxicidade quando testada nas mesmas condições.

O princípio fundamental de adesão à estrutura dentária está baseado em um processo de troca, no qual minerais são removidos dos tecidos dentários e, então, substituídos por monômeros resinosos. Enquanto este embricamento mecânico representa um pré-requisito para obtenção de uma adesão adequada, o principal benefício de uma adesão química adicional entre os monômeros resinosos funcionais presentes nos sistemas adesivos e os componentes da estrutura dental têm merecido atenção da literatura. Para aumentar a durabilidade da adesão, é necessária interação química com as estruturas dentárias (VAN MEERBEEK *et al.*, 2003; VAN MEERBEEK *et al.*, 2011).

A maioria dos estudos com adesivos dentinários é feita em dentinas hígidas, polidas e planas, necessitando de mais estudos com dentinas desmineralizadas que relatem mais a realidade da clínica no dia a dia. (WANG; SPENCER; WALK, 2007).

Os sistemas adesivos podem ser divididos em duas categorias principais, de acordo com a estratégia adesiva utilizada sobre as estruturas dentárias: os adesivos convencionais e os autocondicionantes (VAN MEERBEEK *et al.*, 2011; ARINELLI *et al.*, 2016). Adicionalmente, sistemas adesivos que apresentam a versatilidade de poder ser aplicados, tanto pela técnica convencional quanto pela técnica autocondicionante, foram desenvolvidos. Estes novos adesivos foram denominados adesivos universais ou multimodais (VAN MEERBEEK *et al.*, 2011; MC LEAN *et al.*, 2015; PERDIGÃO; MONTEIRO; GOMES, 2009).

Ao ponderar a sensibilidade da técnica de aplicação e o tempo de trabalho utilizado no uso dos sistemas adesivos convencionais, e considerando que os sistemas adesivos autocondicionantes não apresentam o passo prévio do condicionamento ácido por já conterem um primer acídico que atua simultaneamente como condicionador e primer, há redução do tempo de trabalho e do risco da ocorrência de erros durante a aplicação e manipulação do material no uso da técnica autocondicionante (VAN MEERBEEK *et al.*, 2003; VAN MEERBEEK *et al.*, 2011). Outra vantagem desses sistemas adesivos é que a infiltração dos monômeros funcionais acontece simultaneamente ao processo de autocondicionamento, com isso, a possibilidade de discrepância entre a profundidade de condicionamento e da infiltração dos monômeros é baixa ou inexistente (VAN MEERBEEK *et al.*, 2003).

O sistema adesivo *Single Bond Universal*[®] (3M) apresenta, além do 10-MDP (10-metacrililoiloxidecil dihidrogenofosfato), copolímero de ácido polialquenóico que também pode aderir quimicamente ao cálcio, e não há consenso na literatura se esta associação melhora as propriedades desse sistema adesivo (WAGNER *et al.*, 2014). Muñoz *et al.* (2014) relatam que esse copolímero poderia competir com o 10-MDP pela hidroxiapatita, prejudicando a resistência de união do adesivo.

Goes, Shinohara e Freitas (2014) observaram que a força de adesão ao esmalte do sistema *Single Bond Universal*[®] (3M) aumentou de 27,4 MPa para 33,6 MPa, quando o esmalte foi previamente condicionado com ácido fosfórico. A hipótese seria que o ácido fosfórico criaria mais porosidades na superfície do esmalte, aumentando a molhabilidade e adesão do substrato, promovendo maior penetração do adesivo no esmalte. Além disso, a interação dos monômeros funcionais do adesivo com a hidroxiapatita do esmalte parece ser menos efetiva do que aquela apresentada à dentina. Por isso, autores recomendam a associação do ácido fosfórico aos adesivos universais para melhorar a dissolução do esmalte, de modo a aumentar a força de adesão ao substrato (MC LEAN *et al.*, 2015; PERDIGÃO *et al.*, 2015).

Para melhorar a adesão dos substratos dentais aos adesivos, são necessárias modificações na superfície ou estratégias para melhorar a molhabilidade da superfície do substrato em relação aos adesivos, uma vez que a dentina úmida é hidrofílica e os compósitos são hidrofóbicos. Neste sentido, o plasma de argônio tem sido testado para modificar superfícies do substrato, sem afetar as propriedades dos biomateriais, preservando tecidos saudáveis e melhorando a longevidade das restaurações (DONG *et al.*, 2013; COLOMBO; MATAFORA; MORO, 2014). Dong *et al.* (2013) e Ritts *et al.* (2010) relataram em estudos que o tratamento com o plasma em superfícies de dentina melhorou a força de adesão de compósitos restauradores à dentina.

De acordo com a literatura há limitação das técnicas adesivas e o emprego da tecnologia de plasma vem demonstrando resultados promissores na Odontologia. O plasma tem sido testado com a finalidade de melhorar a adesão entre materiais e substratos dentais e os efeitos benéficos podem ser relacionados ao tempo de aplicação e ao tipo de gás utilizado. Para tanto, é necessário avaliar a efetividade do plasma, quando aplicado nos substratos dentais, na eficiência dos sistemas adesivos, assim como se existe diferença no efeito desta terapia nas superfícies do esmalte e dentina hígidos ou desmineralizados.

OBJETIVOS

Geral

O objetivo deste estudo foi determinar a influência do jateamento com plasma de argônio na união obtida com o uso de duas estratégias de adesão usando um sistema adesivo universal em substratos de esmalte e dentina humanos hígidos e desmineralizados.

Específicos

- Avaliar alterações na superfície e morfologia dos substratos, após aplicação plasma de argônio;
- Observar alterações no ângulo de contato e na molhabilidade do adesivo nos espécimes, após aplicação do plasma;
- Analisar a resistência das técnicas adesivas de condicionamento total e autocondicionante em esmalte e dentina humana hígida e desmineralizada, após aplicação plasma;

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Adesivos e Limitações das técnicas

Na prática clínica das restaurações ocorreram modificações nos últimos anos, devido à evolução dos sistemas adesivos. Os preparos cavitários tradicionais foram substituídos por preparos cavitários baseados somente na remoção do tecido cariado, acarretando procedimentos restauradores menos invasivos, em virtude do desenvolvimento dos materiais adesivos (GARY *et al.*, 2015). A adesão do adesivo às interfaces de esmalte e dentina ocorre por diferentes agentes de ligação e pode ser avaliada através da microtração, cisalhamento e microscopia (HIRATA *et al.*, 2016).

A adesão ao esmalte é proporcionada pelo embricamento de monômeros aplicados em microretenções, criadas por dissolução parcial do esmalte, através da aplicação do ácido fosfórico. Em dentina, o mecanismo de ligação está relacionado à penetração de monômeros dos adesivos em dentina desmineralizada, criando interface denominada de camada híbrida. O processo de hibridização é caracterizado como um biopolímero de resina de colágeno tridimensional que fornece ligação contínua e estável entre o adesivo e a restauração. A adesão à dentina é uma das principais preocupações relacionadas à durabilidade das restaurações, devido à estabilidade estrutural dos polímeros adesivos e degradação enzimática pelas enzimas metaloproteinases de matriz (MMP) do colágeno. Na dentina, o ácido fosfórico promove a remoção da hidroxiapatita da dentina intra e inter tubular até a profundidade de 12 µm. Portanto, o desenvolvimento de novos monômeros é necessário para inibir a atividade das metaloproteinases e reduzir a degradação do colágeno (WANG; SPENCER, 2003).

Wei *et al.* (2008) preconizaram a remoção completa de toda dentina cariada para o emprego de materiais restauradores, muitas vezes, removendo muito mais do que o necessário, sacrificando tecidos saudáveis. Há várias maneiras na literatura de se tratar a remoção de dentina cariada e/ou afetada e os sistemas adesivos contemporâneos interagem com esmalte e dentina usando estratégias diferentes. A técnica convencional com a remoção da camada de *smear layer* pelo ácido fosfórico

a 37% (condicionamento total) e a técnica autocondicionante (de dois ou três passos) (PASHLEY *et al.*, 2011). Nos sistemas adesivos de três passos, ácido, primer e adesivo são aplicados separadamente, enquanto que nos sistemas de dois passos, primer e adesivo encontram-se em uma única solução (autocondicionante de 1 passo) (VAN MEERBEEK *et al.*, 2003).

O princípio fundamental de adesão à estrutura dentária ocorre através de um processo de troca, em que minerais são removidos dos tecidos dentários e substituídos por monômeros resinosos. Este processo envolve duas fases: a primeira fase está relacionada à remoção do cálcio e criação de porosidades no esmalte e dentina; a segunda fase (hibridização) ocorre através da penetração e polimerização dos monômeros no interior das porosidades criadas (VAN MEERBEEK *et al.*, 2003).

O embricamento mecânico dos adesivos representa pré-requisito para obtenção de boa adesão, devido a isso, a literatura discorre abrangentemente sobre o potencial da adesão química adicional entre os monômeros resinosos presentes nos adesivos e os componentes da estrutura dental. Essa interação química com as estruturas dentárias é muito importante para aumentar a longevidade adesiva (VAN MEERBEEK *et al.*, 2011).

Os sistemas adesivos comercializados no mercado podem ser classificados em duas categorias: convencionais ou autocondicionantes (MUNÓZ, *et al.*, 2013). Os fabricantes adotaram a estratégia de simplificar o número de passos clínicos para os sistemas adesivos. Surgiram, então, os adesivos convencionais de dois passos e os autocondicionantes de um passo clínico. Estas novas gerações de adesivos são produtos de conveniência para o cirurgião-dentista, visto que apresentam como maior vantagem a redução do número de passos operatórios. A introdução dos adesivos universais torna clara essa busca por simplificação, uma vez que estes representam mais um exemplo de adesivo de frasco único. Os adesivos universais ou multimodais, são produtos altamente inovadores, pois oferecem aos clínicos a liberdade de escolha quanto ao modo de aplicação sobre a estrutura dental sem, teoricamente, comprometer a efetividade adesiva (MUNÓZ, *et al.*, 2013; ARINELLI *et al.*, 2016). Esses sistemas adesivos apresentam a versatilidade de poder serem aplicados sobre as estruturas dentárias tanto pela técnica convencional quanto pela técnica autocondicionante, de acordo com a situação clínica específica ou preferência pessoal do operador. Os fabricantes sugerem ainda que os adesivos universais podem ser

utilizados pela técnica do condicionamento ácido seletivo de esmalte (MUNÓZ *et al.*, 2013; WAGNER *et al.*, 2014).

Em relação à acidez, os adesivos autocondicionantes podem ser classificados em fortes, intermediários, suaves e muito suaves (VAN MEERBEEK *et al.*, 2011). Os adesivos fortes têm pH menor ou igual a 1. Esta alta acidez gera desmineralização profunda tanto em esmalte quanto em dentina. A interface adesiva produzida por estes materiais é semelhante àquela encontrada nos adesivos convencionais. Porém, devido o material não ser lavado da superfície dentária, a hidroxiapatita dissolvida permanece na interface adesiva, comprometendo significativamente a força de adesão, principalmente na dentina (VAN MEERBEEK *et al.*, 2003)

Os adesivos suaves (pH = 2) e muito suaves (pH > 2,5) desmineralizam a dentina em uma profundidade de até um 1 μ m. A desmineralização superficial ocorrerá parcialmente, mantendo parte da hidroxiapatita ainda ligada às fibras colágenas. Assim, a porosidade criada na superfície é suficiente para obter o embricamento micromecânico dos monômeros resinosos e garantir a hibridização. Apesar da espessura da camada híbrida formada ser menor quando comparada às formadas pelos adesivos autocondicionantes fortes e convencionais, o estudo de Van Meerbeek *et al.* (2003) relata que isso não afeta a efetividade da adesão.

A composição química dos adesivos autocondicionantes, principalmente, o tipo de monômero funcional, influencia muito no desempenho clínico do adesivo. Alguns monômeros funcionais com 10-metacrilóiloxidracil dihidrogenofosfato (10-MDP) têm potencial de adesão química ao cálcio da hidroxiapatita. Portanto, quando um adesivo autocondicionante suave ou muito suave, que possui 10-MDP na composição é aplicado na dentina ocorre desmineralização parcial da mesma e quantidade considerável de cristais de hidroxiapatita é deixada ao redor das fibras colágenas. Assim, os íons cálcio residuais podem ser utilizados como sítios de ligação para adesão química adicional às moléculas de 10-MDP. O estudo de Van Meerbeek *et al.* (2011) relatou que a adesão química promovida pelo 10-MDP é mais efetiva e estável quando comparada a outros monômeros funcionais como o Ácido 4- [2- (metacrilóiloxi) etoxicarbonil] ftálico (4-MET) e Fenil fosfato (Phenyl-P) ((VAN MEERBEEK *et al.*, 2011; MC LEAN *et al.*, 2015).

A adesão em esmalte pelos adesivos autocondicionantes suaves e muito suaves parece ser insatisfatória, uma vez que o potencial de adesão química

apresentado pelos monômeros funcionais à hidroxiapatita deveria também ser favoráveis para adesão ao esmalte. Porém, a desmineralização do esmalte por estes sistemas adesivos é menor quando comparada à obtida pelo condicionamento com ácido fosfórico. Portanto, a baixa força de adesão pode ser relacionada ao menor potencial destes materiais em formarem tags resinosos e embricarem micromecanicamente no substrato. Devido a isso, autores indicam o uso da técnica do condicionamento ácido seletivo do esmalte para os adesivos autocondicionantes (VAN MEERBEEK *et al.*, 2011; MC LEAN *et al.*, 2015; PERDIGÃO; MONTEIRO; GOMES, 2009).

2.2 Plasma

O plasma é considerado o quarto estado da matéria. Foi descoberto em 1979, por William Crookes, é um gás parcialmente ionizado com íons, elétrons e partículas não carregadas, como átomos, moléculas e radicais sendo necessário energia para produzir e mantê-lo. As energias utilizadas podem ser: energia térmica, elétrica ou de luz e alguns métodos usados para produzir o plasma incluem: Descarga de Barreira dielétrica (DBD), jato de plasma de pressão atmosférica (APPJ), agulha de plasma e Lápis de Plasma (HOFFMANN; BERGANZA; ZHANG, 2013).

Os plasmas podem ser divididos em plasmas térmicos ou quentes (ex. fogo) e plasmas não térmicos ou frios (ARORA *et al.*, 2014; CHA; PARK, 2014). Os plasmas frios são gases parcialmente ionizados, constituído por espécies altamente reativas mais uma fase gasosa. O plasma não térmico (ambiental ou frio) possui composição e temperatura ajustáveis em ampla gama de parâmetros, como: tipo de entrada de energia, potência de entrada, tipo de gás, pressão e composição do gás. São gerados por aplicação de um campo elétrico a um gás neutro ou a uma mistura de gases. Devido a esse controle da fase de gás do plasma a uma temperatura próxima a do ambiente, o tratamento com plasma em um substrato biológico não se faz através do calor, e sim do controle de espécies reativas no plasma (íons, elétrons, radicais livres e nêutrons excitados eletronicamente) (NICHOLSON, 1983; STURROCK, 1994; CHEN *et al.*, 2013).

O tratamento com plasma de argônio tem sido amplamente utilizado para modificar superfícies de biomateriais. A engenharia do plasma é considerada "limpa" e "eficaz", pois não altera as propriedades dos materiais após o tratamento com o mesmo. Os plasmas de argônio consistem em várias espécies energética e quimicamente reativas, incluindo elétrons de alta energia, nêutrons eletronicamente excitados e radicais livres. Assim, diante da exposição ao plasma, as propriedades dos substratos podem ser modificadas pelo "bombardeamento" iônico. As tecnologias dos plasmas atmosféricos frios desenvolvidos têm sido aprimorados ao longo da última década, a qual possibilitaram investigação e aplicações no tratamento médico *in vivo* (CHEN *et al.*, 2013).

Os tipos de plasma frio foram construídos em pequenas dimensões, tipo uma caneta, associada a uma pequena fonte de energia, o qual possibilitou sua portabilidade para o ambiente clínico. Diversos gases diferentes podem ser usados para produzir o plasma atmosférico frio, como gás hélio (He), argônio (AR), nitrogênio (N₂) e oxigênio (O₂) (HOFFMANN; BERGANZA; ZHANG, 2013). O gás argônio é muito utilizado pelo relativo baixo custo comparado a outros gases. A presença de oxigênio no gás de funcionamento do dispositivo promove a formação de radicais peróxidos ativos que iniciam mudanças químicas na superfície, mesmo em materiais inertes, como cerâmicas cristalinas densamente sintetizadas (SILVA; COELHO; BECHER, 2011; CHEN *et al.*, 2013).

Sladek *et al.* (2004) avaliaram o efeito antimicrobiano do plasma formado a partir da mistura de He e Ar. O procedimento foi avaliado como seguro para polpa e promissor no controle da cárie por não causar aquecimento significativo durante o manuseio e ter boa capacidade bactericida. O plasma, quando utilizado em temperatura ambiente, mostra-se como inovação promissora, apresentando atividade antimicrobiana, efeitos positivos em relação à adesão, clareamento dental e osseointegração, sem gerar danos ao tecido oral.

2.3 Plasma na Dentística

Ao longo das últimas duas décadas, os biomateriais foram substancialmente aprimorados, com melhores características de manipulação e ligação. No entanto, a degradação das interfaces adesivas ainda é um problema muito significativo que

acarreta a substituição de um grande número de restaurações. O elo mais fraco nas restaurações em resina composta ainda é certamente a união com a dentina, pois a estabilidade da união com o esmalte é muito mais duradoura (RITTS *et al.*, 2010).

A dentística restauradora busca preservar o máximo de estrutura dental sadia, para isso a evolução dos materiais restauradores procura melhorar as propriedades de adesão desses materiais com a estrutura dental remanescente, aumentando, desta forma, a longevidade das restaurações (COLOMBO; MATAFORA; MORO, 2014).

O desenvolvimento de estudos de agentes de união de esmalte e dentina sobre a longevidade de restaurações de resinas compostas envolvem a síntese de novos monômeros (LANDUYT, 2007) e as modificações da estrutura física e química de superfícies de esmalte e dentina que estão diretamente envolvidas no processo (SPENCER *et al.*, 2000). O Plasma de Baixa Temperatura (PBT) tem sido sugerido em tratamentos de esmalte e dentina para modificar essas superfícies antes do adesivo, com a finalidade de melhorar a adesão entre superfície dentária e adesivos, tanto na cimentação de restaurações indiretas, quanto nas restaurações diretas. Bem como tem melhorado a adesão do cimento a pinos de fibra, após tratamento com plasma de etilenodiamina, o que não foi obtido com o plasma de argônio (DANTAS *et al.*, 2012).

No estudo de Dong *et al.* (2013), avaliou-se o efeito do plasma de argônio na penetração de adesivo por microscopia óptica e eletrônica, em que se observou maior penetração do adesivo após esse tratamento, com aumento do comprimento dos tags resinosos dentro dos túbulos dentinários e diminuição de defeitos e vazios na interface adesivo / dentina. Os autores também demonstraram que a força de adesão do adesivo à dentina diminuiu dramaticamente com aumento na área de interface dos espécimes e que a resistência à tração estava inversamente relacionada à área de superfície ligada. A resistência da união entre os materiais restauradores e a dentina também foi influenciada pelas características intrínsecas da dentina, como o número de túbulos por mm² (MARSHALL *et al.*, 1997), a espessura da dentina (TAGAMI; TAO; PASHLEY, 1990) e o teor de água da dentina (PEREIRA *et al.*, 1999).

Ritts *et al.* (2010) investigaram os efeitos do tratamento do plasma de argônio na adesão entre a superfície de dentina e o adesivo *Single Bond Plus*[®] (3M ESPE Produtos Odontológicos, St. Paul, EUA). Verificaram que o tratamento com plasma na superfície dentinária periférica com 30 e 100 s promoveu aumento na força de ligação

interfacial, enquanto que no tratamento prolongado por 5 min, proporcionou-se a diminuição desta força. Logo, o tratamento com plasma parece ter gerado ampliação na área da superfície de contato das fibras colágenas e aumento da sua hidrofília, possibilitando maior interação com o adesivo, resultando no aumento da força de adesão.

No estudo de Wang, Spencer e Walk (2007), relatou-se que na prática clínica, os dentistas frequentemente utilizam adesivos em dentina afetada, e a ligação com esses substratos não fornece a durabilidade necessária para longevidade das restaurações. A união com a dentina não depende apenas de sistemas adesivos, mas também dos substratos adesivos dentinários.

A dentina é um dos substratos mais relevantes a serem testados, seja ele sadio ou afetado por cárie, uma vez que o tipo de substrato pode influenciar no resultado de resistência de união com o material restaurador (NAKAJIMA *et al.*, 2011). No estudo de Alves (2011), foram avaliadas duas técnicas adesivas, sendo a amostra dividida em dois grupos: dentina sadia e dentina afetada. Foram testados dois adesivos dentinários: Ambar® (FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil) (condicionamento total) e Filtek silorano (3M ESPE Produtos Odontológicos, St. Paul, EUA) (autocondicionante). Este estudo não encontrou diferenças na adesão no grupo que utilizou o sistema Ambar, tanto nos dentes sadios como cariados. Entretanto, no grupo que utilizou o sistema autocondicionante, observaram-se valores superiores de adesão à dentina sadia.

Chen *et al.* (2013) avaliaram o efeito do plasma de baixa temperatura no esmalte e dentina humanos e resina composta e obtiveram melhora na molhabilidade de todos os substratos.

Colombo, Matafora e Moro (2014) observaram que a melhora da molhabilidade do substrato impacta positivamente na adesão ao substrato dentário. Como a dentina é hidrofílica e os adesivos são hidrofóbicos, há grande dificuldade de se promover a adesão dos adesivos em dentina humana hígida. Neste sentido, o PBT pode atuar aumentando a energia de superfície, devido à formação de radicais livres, através do bombardeamento iônico, modificando a superfície do substrato. Nesse mesmo estudo, verificou-se que a terapia com plasma promoveu a formação de sítios ativos na superfície dentinária, através de radicais livres e peróxidos que podem iniciar a polimerização dos monômeros adesivos e aprisionar resina nas fibrilas colágenas

através das ligações químicas covalentes. Além disso, o plasma induziu o 2-hidroxiethyl metacrilato (HEMA), componente principal do bisfenol A glicidilmetacrilato (BIS-GMA-monomero hidrofóbico), a se polimerizar dentro das fibrilas colágenas, aumentando a força de união, e levando à diminuição dos *gaps* e aumento dos *tags* resinosos dentro dos túbulos dentinários. A modificação das fibrilas colágenas pelo plasma ocorre através de grupos funcionais que se tornam descobertos por afastamento parcial temporário e que interagem com os adesivos (HOLLIS, 2012).

Dong *et al.* (2015) testaram o efeito do plasma previamente a técnica autocondicionante e demonstraram que o tratamento com plasma de argônio, melhorou a adesão entre a interface adesivo/dentina sadia para a restauração de compósitos.

O estudo de Teixeira *et al.* (2014), avaliou a resistência de união em esmalte humano após a utilização do ultraseal XT[®] (Ultradent Products, Inc. SP, Brasil), utilizando o tratamento prévio de metade das amostras com ácido a 37% por 30 s. Os grupos foram submetidos a três tratamentos: plasma (15 s), NaOH (60 s), controle sem tratamento. Após a aplicação do selante, foram realizados os testes mecânicos e os resultados demonstraram que o tratamento com plasma aumentou a energia de superfície, a molhabilidade de superfície e resistência de união entre esmalte e o selante, potencialmente, servindo como substituto do ataque ácido nos procedimentos que requerem condicionamento ácido prévio.

Estudo de Zhang, Yu e Wang (2014) mostrou a influência do plasma e do argônio usados com um tempo de 30 s, sendo eficaz em relação à penetração do adesivo para dentina desmineralizada, observando que o uso do plasma aumentou a adesão do adesivo à dentina desmineralizada.

Hirata *et al.* (2015) utilizaram o plasma para tratamento de substratos de dentina de dentes humanos durante 30 s, observando a redução do ângulo de contato e o aumento da energia de superfície da dentina. Os efeitos imediatos do plasma em relação à resistência de união da dentina foram dependentes do tipo de adesivo utilizado (*Single Bond Universal*[®] (3M ESPE Produtos Odontológicos, St. Paul, EUA) e *Clearfil SE Bond*[®] (Kuraray America, Inc., NY). Nesse estudo, verificaram que o aumento do ângulo de contato do adesivo Universal, após 1 ano de armazenamento em água destilada, manteve-se inalterado para o Clearfil[®] (Kuraray

America, Inc., NY), mas diminuiu a força de união do *Scotch Bond Universal*[®] (3M ESPE Produtos Odontológicos, St. Paul, EUA).

No estudo de Hirata *et al.* (2016), observou-se que a infiltração de resina foi melhorada pela modificação da superfície dentinária com a aplicação do plasma na técnica de condicionamento total de dois passos, o que pôde resultar em maior resistência adesiva. Entretanto, para o adesivo de três passos, não foi observada melhora na adesão. A força de adesão dentinária do adesivo de dois passos aumentou quando a aplicação do plasma foi realizada após o condicionamento ácido, embora este efeito não tenha sido estável após um ano de armazenamento de água.

Ayres *et al.* (2018) demonstraram em seu estudo que o tratamento com plasma não alterou a topografia da superfície dentinária, assim como nenhuma alteração química foi observada na dentina após o tratamento com plasma com o tempo de 30 s. Observou-se também, que o tratamento com plasma nesse mesmo tempo, propiciou a formação de *tags* mais longos após a técnica de condicionamento total com uso do adesivo Scotchbond Universal[®] (3M ESPE Produtos Odontológicos, St. Paul, EUA).

Contudo o plasma tem sido testado com resultados promissores em várias áreas da Odontologia como: esterilização, eliminação de biofilmes, desinfecção do canal radicular, aumento da força de adesão na interface dentina / compósito e clareamento.

3 METODOLOGIA

3.1 Aspectos éticos

Como a realização desta pesquisa incluiu experiências com a utilização de órgãos dentários humanos, o estudo foi conduzido após a aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal do Ceará, conforme parecer CAAE 2583243. Os responsáveis pelas unidades doadoras de dentes assinaram um termo de doação de dentes, o qual explicou a realização do estudo, os objetivos, de acordo com as Diretrizes e Normas Regulamentadoras do Conselho Nacional de Saúde (Resolução 466/12) e resoluções complementares (240/97, 251/97, 292/99, 303/2000, 304/2000, 340/2004, 346/2005 e 347/2005).

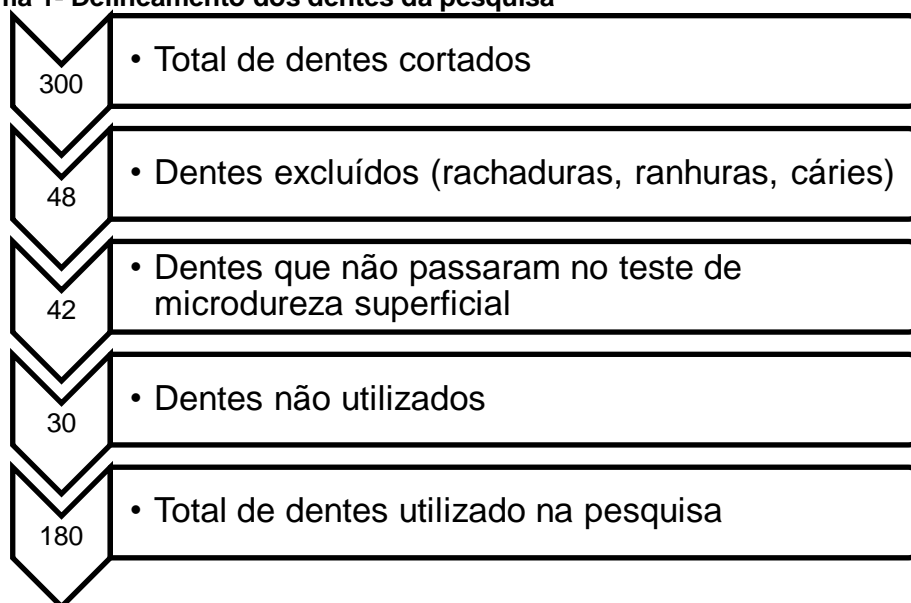
3.2 Cálculo da amostra

O tamanho da amostra foi calculado usando dados de um estudo piloto, assumindo tamanho de efeito médio de 0,5%, nível de significância de 5% e poder estatístico de 95%. Concluiu-se que seriam necessários 180 espécimes de esmalte e dentina, incluindo blocos, coroas e meias-coroas, para realização da pesquisa. Trezentos espécimes foram preparados para garantir que, ao final, 180 seriam viáveis para o estudo.

3.3 Delineamento experimental

Estudo *in vitro*, randomizado, experimental. Dos 300 dentes preparados, 48 dentes foram excluídos, pois apresentavam cáries, ranhuras ou rachaduras. O delineamento experimental utilizou 180 terceiros molares humanos, sendo 60 blocos 4x4x2 mm (Figuras 1 e 2), 60 coroas de dentina (Figuras 3 e 4) e 60 meias coroas de esmalte (Figuras 3 e 4). Dentre os blocos, 15 eram de esmalte hígidos, 15 de esmalte desmineralizado, 15 de dentina hígida, 15 de dentina desmineralizada. Dentre as meias coroas, 30 eram de esmalte hígido, 30 de esmalte desmineralizado. Dentre as coroas, 30 eram de dentina hígida e 30 de dentina desmineralizada. (Fluxograma 1).

Fluxograma 1- Delineamento dos dentes da pesquisa



Descrição da divisão dos dentes utilizados na pesquisa.

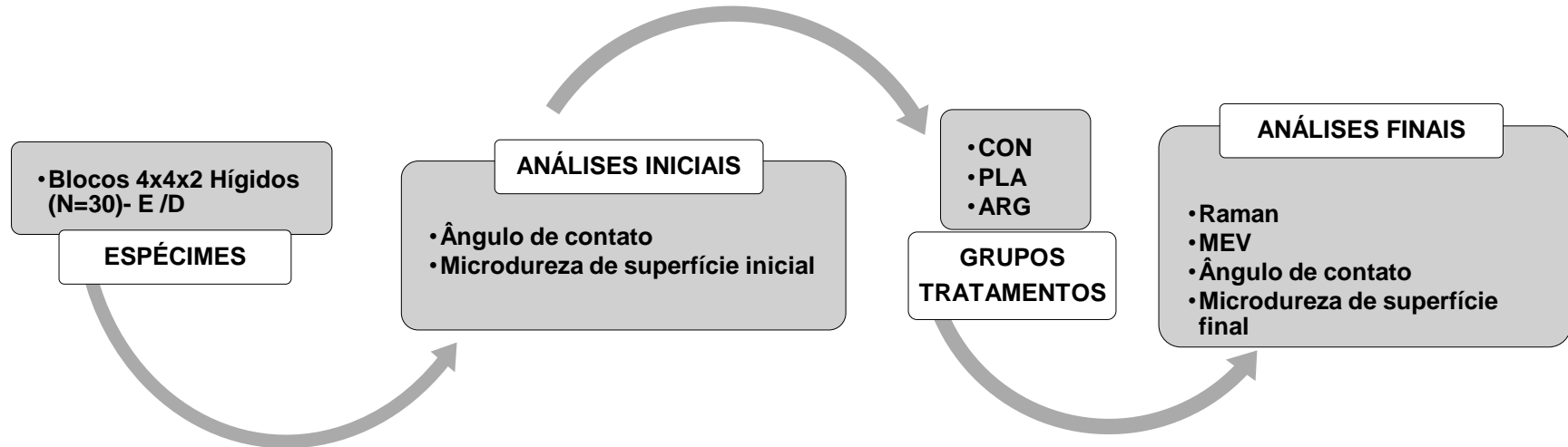
Os critérios de inclusão para os substratos foram a ausência de ranhuras e rachaduras na superfície. Os blocos 4x4x2 mm deveriam ter microdureza de superfície inicial entre 273-321 de Knoop média de 297 ($\pm 10\%$) para os espécimes de esmalte e entre 52-67 de Knoop com a média de 59,5 ($\pm 10\%$) para os espécimes de dentina.

Os blocos 4x4x2 mm de esmalte e dentina hígidos e desmineralizados foram divididos em três grupos, submetidos a três tratamentos: com gás de plasma (PLA) por 1 min, com gás de argônio (ARG) por 1 min e grupo controle (CON), o qual não foi submetido a nenhum tratamento. Nesses blocos, foram mensurados o ângulo de contato inicial e final, e realizados as análises de Micro-Raman e MEV. Os blocos foram cortados no dimensões 4 x 4 x 2 mm, polidos e submetidos ao teste de microdureza superfície.

As meias coroas de esmalte hígido e desmineralizado e as coroas de dentina hígida e desmineralizada foram divididas em três grupos e submetidas a três tratamentos: com gás de plasma (PLA), com gás de argônio (ARG) e grupo controle (CON), o qual não foi submetido a nenhum tratamento. Estes espécimes, após o corte, foram polidos com lixas abrasivas de óxido de alumínio de granulação de 600, com intenção de criar *smear layer*. Após os tratamentos, foram realizadas restaurações com 2 incrementos de 2 mm e submetidos a uma das duas técnicas adesivas:

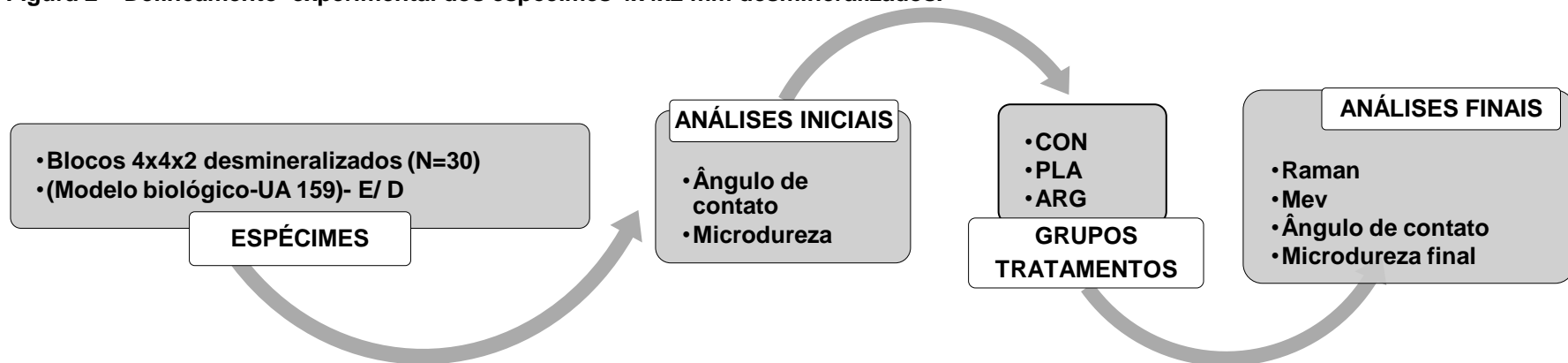
condicionamento total e autocondicionante, para depois serem submetidos aos testes mecânicos de microtração (dentina) e cisalhamento (esmalte).

Figura 1 – Delineamento experimental dos espécimes 4x4x2 mm hígidos.



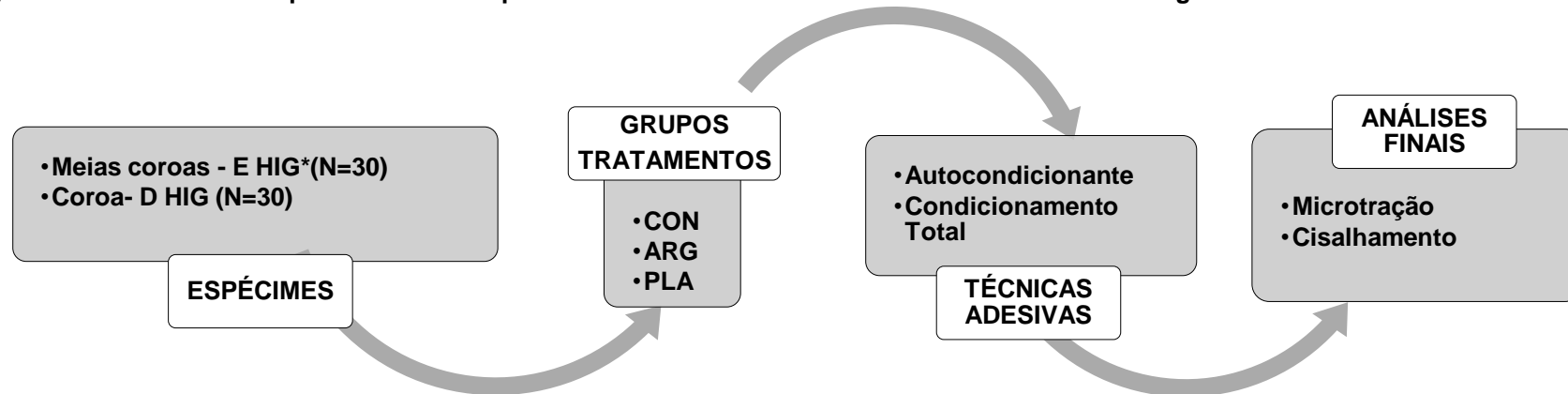
Descrição dos testes que foram realizados nos blocos 4x4x2 mm de esmalte (E) e dentina (D) hígidos.

Figura 2 – Delineamento experimental dos espécimes 4x4x2 mm desmineralizados.



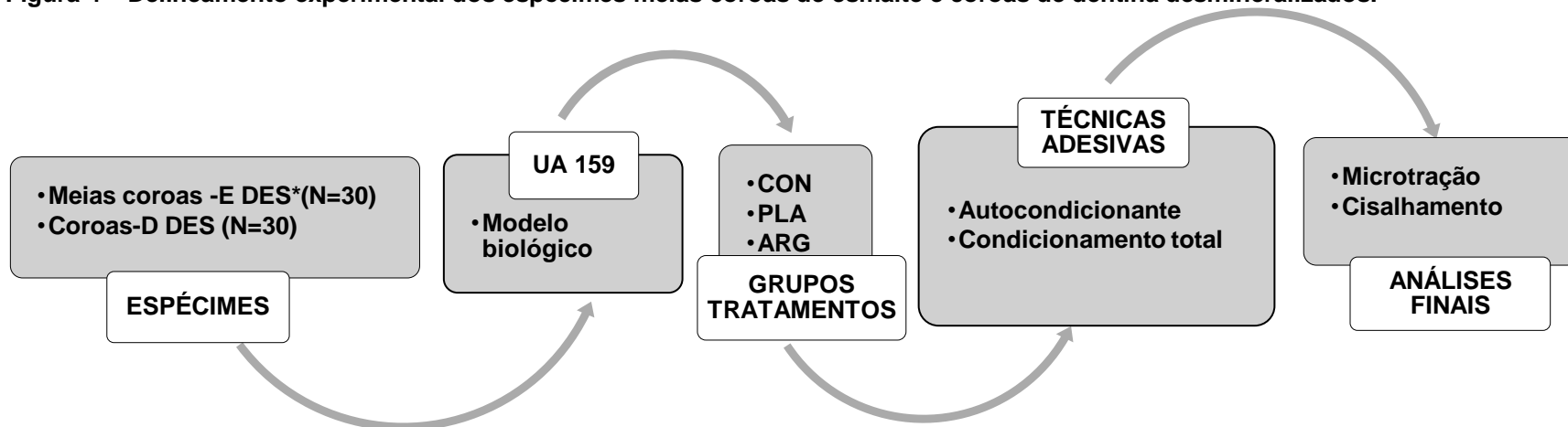
Descrição dos testes que foram realizados nos blocos 4x4x2mm de esmalte (E) e dentina (D) desmineralizados.

Figura 3 – Delineamento experimental dos espécimes meias coroas de esmalte e coroas de dentina hígidos.



*Descrição dos testes que foram realizados nos espécimes meias coroas de esmalte (E) e coroas de dentina (D) hígidos (HIG).

Figura 4 – Delineamento experimental dos espécimes meias coroas de esmalte e coroas de dentina desmineralizados.



*Descrição dos testes que foram realizados nos espécimes meias coroas de esmalte (E) e coroas de dentina (D) desmineralizados (DES).

3.4 Preparação das amostras

Para obtenção dos 60 blocos 4x4x2 mm, 60 meias coroas de esmalte e 60 coroas de dentina humanos foram utilizados, resultando em 180 terceiros molares extraídos por razões que não as desta pesquisa e armazenados em solução de timol a 0,01% a temperatura de 4°C (WHITE; FEATHERSTONE, 1987; CURY *et al.*, 2000). Foram excluídos os dentes com fraturas, rachaduras ou que não atenderam aos critérios de microdureza de superfície.

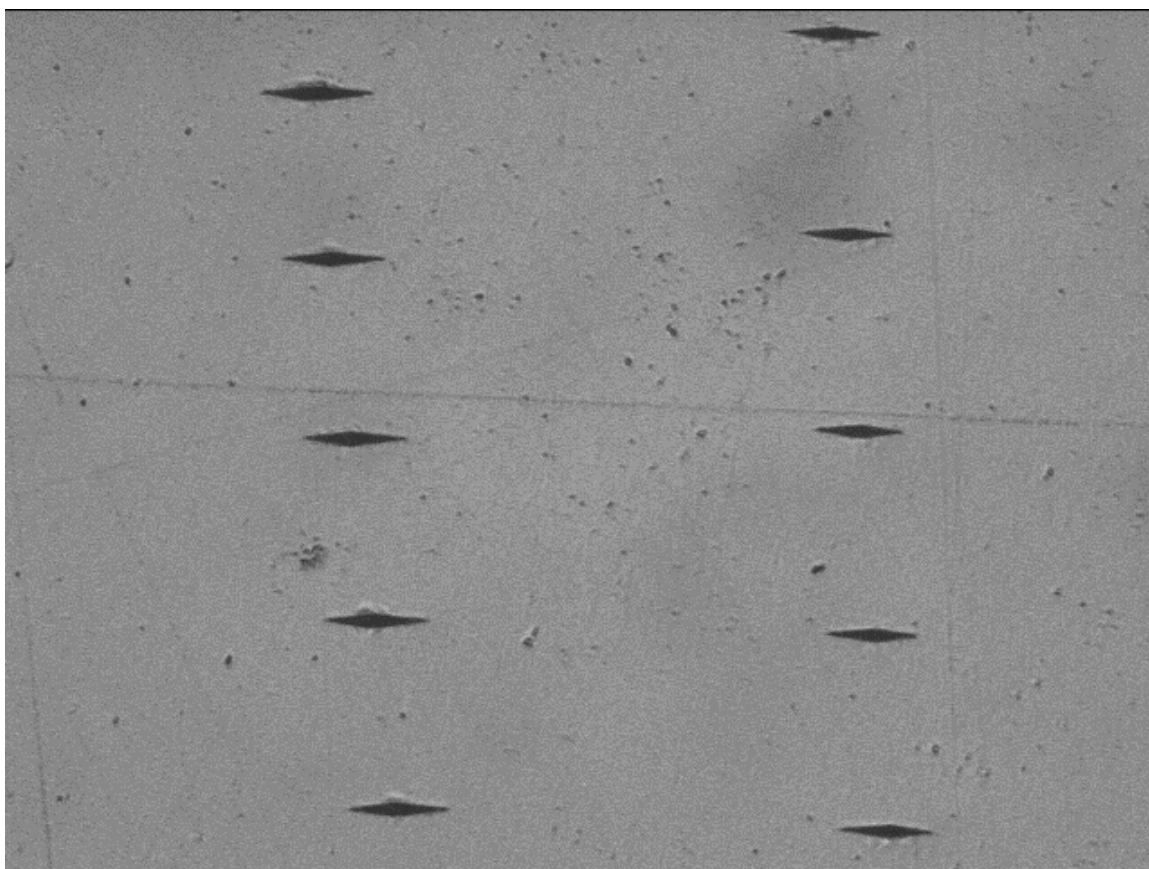
Os espécimes dentais foram fixados em peças acrílicas e cortados com o auxílio de uma cortadeira elétrica e discos de diamante refrigerados com água destilada (Extec Corp. Enfield, CT, EUA). Os espécimes de dentina foram obtidos após o corte das raízes (junção amelocementária) e da face oclusal 4 mm após a junção amelodentinária. Foi obtido fragmento dental da porção central da coroa com 4 mm de espessura, o qual foi novamente fixado à peça acrílica e cortado para obtenção de blocos dentais medindo 4x4 mm. Os blocos de esmalte foram retirados das coroas no tamanho 4x4 mm. O ajuste na espessura dos blocos foi feito com o auxílio da politriz em baixa velocidade (Isomet Low Speed Saw, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) e lixa de granulação 360 (lixa d'água), sob refrigeração, deixando os blocos dentais com altura próxima a 2 mm (TEIXEIRA *et al.*, 2012). Em seguida, os blocos foram fixados com godiva baixa fusão em discos resina acrílica. Os espécimes foram polidos até obtenção de uma superfície extremamente polida. Para tal, foi utilizada politriz automática (Arotec, Aropol 2V-PU, Cotia, SP, Brasil), com lixas abrasivas de óxido de alumínio de granulação de 600 por 40 s e 1200 por 2 min, irrigadas com água. Após cada lixa, o espécime foi passado no ultrassom por 15 min. Sequencialmente, foi realizado o polimento com disco de tecido (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), feltro por 3 min e pasta diamantada (EXTEC CORP, Enfield, CT, EUA) de 1 µm pasta de diamante (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). As coroas e meias coroas foram passadas nas lixas abrasivas de óxido de alumínio de granulação de 600 para criar “*smear layer*” e ultrassom por 5 min. Foram armazenados em umidade de 100% com gases estéreis embebidas em água destilada estéril a fim de evitar a desidratação, até serem utilizados.

Para cortar as meias coroas de esmalte, os dentes foram separados da raiz, cortando-se na junção amelocementária, medido 4 mm no sentido oclusal, foi realizado novo corte, removendo a porção oclusal da coroa. Após isso, cortou-se no sentido mesio-distal, separando um fragmento vestibular e lingual/palatino. Nas coroas de dentina, foram feitos os cortes na junção amelocementária e 4mm em direção oclusal, foi realizado novo corte, removendo a porção oclusal da coroa. Após os cortes e polimentos, os espécimes foram armazenados como citado, até serem utilizados.

3.5 Microdureza

As análises foram realizadas através de um microdurômetro Future-Tech®, acoplado a um *software* FM-ARS®9000 FM-100 e penetrador do tipo Knoop, com carga de 50 g para esmalte e duração de aplicação de 5 s, sendo realizadas cinco penetrações no esmalte de cada bloco de dente, com distância mínima de 100 µm entre as mesmas. Para os blocos de dentina, utilizou-se carga de 25 g e duração de 10 segundos, com a distância de 100 µm entre as mesmas. Após desmineralização foi utilizada uma carga de 25 g e duração de 5s para os blocos de esmalte e para os blocos de dentina foi utilizada uma carga de 10g durante 5s. Para determinação de alterações na superfície do esmalte, após a aplicação dos tratamentos (PLA, ARG e CON), os blocos foram reavaliados quanto à dureza de superfície. A porcentagem da perda de microdureza superficial (% PMS) foi calculada: $(\% \text{ PMS}) = \frac{\text{MDS após os tratamentos} - \text{MDS inicial}}{\text{MDS inicial}} \times 100$ (GONÇALVES *et al.*, 2014). A Figura 5 mostra um exemplo de indentação do penetrador de Knoop, em esmalte, antes e depois dos tratamentos realizados.

Figura 5 – Indentações microdureza argônio hígido inicial e final.



As indentações dos lados esquerdo representam as indentações

3.6 Aleatorização dos espécimes e divisão dos grupos

Os espécimes de 4x4x2 mm, selecionados a partir do teste de microdureza, foram aleatorizados utilizando a randomização em blocos para os espécimes de esmalte, pois caso se conseguisse retirar mais de um espécime por dente ou mais de uma meia coroa por dente, para não correr o risco de ter substratos de um mesmo dente no mesmo grupo. Para a dentina, foi realizada randomização simples, através de um programa de computador, Randon.org, e distribuídos em três grupos, conforme Quadro 1.

Quadro 1 – Descrição dos tratamentos em espécimes de esmalte e dentina.

| Códigos | Tratamentos realizados |
|------------|--|
| CON | Não tratado |
| PLA | Tratado com jato de plasma por 1 min. |
| ARG | Tratado com jato de argônio por 1 min. |

Descrição dos tratamentos.

3.7 Modelo microbiológico

A fim de verificar alterações do efeito do plasma de argônio nas superfícies de esmalte e dentina (blocos 4x4x2 mm), assim como a influência dele na força de união das duas técnicas adesivas em substratos (coroas e meias coroas) humanos desmineralizados, metade dos espécimes de esmalte e dentina foram submetidos a um desafio cariogênico, utilizando um modelo de biofilme microbiológico. Para tanto, inicialmente, a película adquirida foi formada a partir de saliva humana clarificada diluída em um tampão de adsorção.

A saliva humana foi colhida de um doador (em jejum e sem escovar os dentes) saudável por estimulação com filme flexível (Parafilm M, Pechiney Segurança laboratório Produtos e Equipamentos, EUA). O tampão de adsorção (KCl 50 mM, KPO₄ 1,0 mM, CaCl 1,0 mM, MgCl₂ 0,1 mM, pH = 6,5 - 1:1) foi adicionado à saliva na proporção de 1:1 e o fluoreto de fenilmetilsulfônico - PMSF foi adicionado na proporção de 1:1000. Após leve agitação, a solução foi clarificada por centrifugação (Centrífuga refrigerada - NT 815, Novatecnica) a 8.500 rpm durante 10 min a 4°C e filtrada com um filtro de 0,22 µm de tamanho de poro (Merck Millipore, SP, Brasil) (TEIXEIRA *et al.*, 2011).

Para formação da película adquirida, os blocos de esmalte humano estéreis foram incubados durante 1 hora a 37°C em um agitador orbital (Labline - Thermo Scientific, EUA) imediatamente antes da inoculação das amostras. A seguir, colônias de *Streptococcus mutans* UA159 foram obtidas a partir do crescimento em BHI ágar suplementado com 5% de sangue de carneiro. As colônias foram inoculadas em caldo TSB suplementado com extrato de levedura contendo 1% de glicose e incubadas durante 18 h a 37°C sob condições de microaerofilia a 5% de CO₂. Após a formação da película adquirida, os biofilmes de *S. mutans* UA159 foram formados sobre os blocos, coroas e meias coroas de esmalte e dentina humanos em placas de poliestireno contendo 24 poços, tendo como inóculo a bactéria cultivada e TSB suplementado com extrato de levedura contendo de sacarose a 10%. O meio de cultivo foi trocado uma vez ao dia. Os biofilmes foram incubados a 37°C em atmosfera parcial de 5% de CO₂ durante 5 dias.

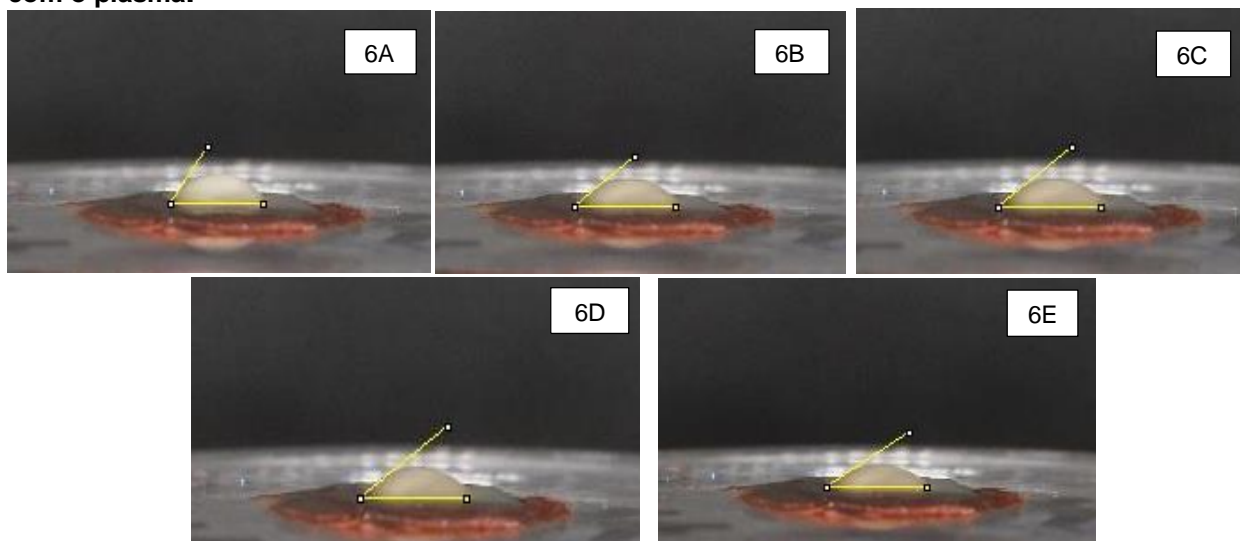
3.8 Tratamentos dos espécimes

O Plasma de argônio foi gerado através da ionização do gás argônio (Ar) à pressão atmosférica, por meio de um dispositivo operatório portátil - Kinpen 09 (INP, Greifswald, Alemanha), desenvolvido pelo Instituto Leibniz de Ciências e Tecnologia de Plasma (INP). O dispositivo consiste em uma unidade de mão (170 mm de comprimento, 20 mm de diâmetro e 170 g de peso) para geração de um jato de plasma à pressão atmosférica, uma fonte de alimentação de corrente contínua (energia do sistema: 8 W a 220 V, 50/60 Hz) e uma unidade de fornecimento de gás (DELBEN, *et al.*, 2014). A temperatura média do PBT é de 37°C, podendo chegar até 40°C, de acordo com Rupf *et al.* (2011). O fluxo de gás argônio (Ar) foi ajustado para 5 l/min e a taxa de fluxo foi controlada pelo controlador de fluxo interno (MKS Instruments, Munique, Alemanha) e tempo de aplicação foi de 1 min. Nas condições testadas a distância da pluma do Plasma foi de 3 mm e o diâmetro utilizada do plasma foi de 10 mm ao redor do fluxo central e, devido a isso, foi delimitado o tamanho dos espécimes de 4 x 4 mm, para permitir que todo o bloco fosse irradiado ao mesmo tempo.

3.9 Medidas de ângulo de contato de superfície

A molhabilidade das superfícies tratadas com à água foi determinada com medidas de ângulo de contato estático. A avaliação do ângulo de contato foi efetuada utilizando 3 µL de água destilada, dispensando uma gota de água em cada uma das superfícies de esmalte e dentina. Em todos os blocos de esmalte e de dentina, foram medidos os ângulos de contato inicial e final. Em cada ponto, as imagens foram captadas no momento da deposição da gota, após 10 s, 20 s, 30 s, 1min (GARCIA, 2016). Para isso, utilizou-se câmera digital (Nikon 5200, Nikon Inc, Chiyoda-ku, Tóquio, Japão) fixa com lente objetiva (Macro Tokina 95 milímetros). As medições de ângulo de contato (θ) foram obtidos usando o *software* de computador Imagem J 1.46r (National Institutes of Health, Bethesda, MD, EUA) (Figura 6) e a análise estatística foi realizada utilizando a média dos ângulos obtidos a partir das cinco fotografias em cada grupo.

Figura 6 – Medição Ângulo de contato em blocos de dentina desmineralizada após tratamento com o plasma.



Medição do ângulo de contato, no momento da deposição da gota de água destilada 6A=T0, 6B=T1 (10 s), 6C=T2 (20 s), 6D= T3 (30 s), 6E= T4 (60 s).

3.10 Aplicação dos adesivos

Os substratos de esmalte (meias coroas) e dentina (coroas) hígidos, bem como os de esmalte (meias coroas) e dentina (coroas) desmineralizados, após o tratamento (PLA, ARG, CON), foram restaurados com o adesivo comercial *Single Bond Universal*[®] (3M ESPE Produtos Odontológicos, St. Paul, EUA), utilizando-se de duas técnicas adesivas: condicionamento total e autocondicionante, conforme as instruções do fabricante.

O ácido fosfórico a 37% foi aplicado durante 30 s em esmalte e 15 s em dentina. Após o condicionamento ácido, os dentes foram lavados com água durante 60 s para o esmalte e 30 s para dentina e secos com papel absorvente, deixando a superfície da dentina úmida. Duas camadas consecutivas de *Single Bond universal* (3M ESPE Produtos Odontológicos, St. Paul, EUA, L: 610586) foram aplicadas com um microbrush (cavibrush, FGM, Joinville, SC, Brasil). A primeira camada do adesivo foi esfregada vigorosamente por 15 s e, em seguida, nova camada do adesivo foi aplicada e seca com leve jato de ar por 5 s, para que ocorresse a evaporação do solvente. O adesivo foi então polimerizado utilizando o fotopolimerizador (Orthus indústria e comercio ltda) por 20 s. Os dentes foram restaurados com resina Filtek Z 100[®] (3M ESPE Produtos Odontológicos, St. Paul, EUA, cor A2, L: N353189BR) com

2 camadas incrementais de 2 mm, seguidos de polimerização feita por 20 s entre os incrementos e 40 s ao final da restauração. Nos grupos dos espécimes submetidos à técnica autocondicionante, seguiram-se os mesmos passos anteriores, sem a execução do condicionamento ácido. As amostras foram armazenadas durante um mínimo de 24 horas em gazes embebidas com água destilada estéril, sob refrigeração antes de prosseguir com a preparação para os testes mecânicos. Após aplicação das técnicas adesivas, os espécimes foram submetidos às técnicas de microtração (coroas de dentina) ou cisalhamento (meias coroas de esmalte).

3.11 Resistência ao Cisalhamento no esmalte

O teste de cisalhamento foi realizado nas meias coroas de esmalte hígidos e desmineralizados. Os testes de resistência ao cisalhamento foram feitos de forma padronizada, em máquina de ensaios universal (EMIC-2000, São José dos Pinhais, Brasil) à velocidade constante de 0,5 mm/min. Os espécimes foram levados à máquina de ensaio, adaptados ao dispositivo para o cisalhamento, em que, por meio de um cinzel, próximo à interface, foi aplicada a força necessária para o rompimento da união entre esmalte e o adesivo.

3.12 Resistência de União à Microtração – dentina

As coroas dentinárias hígidas e desmineralizadas (após o modelo biológico), foram restauradas e posteriormente, foram cortadas em palitos de resina-dentina. As amostras foram cortadas longitudinalmente em fatias de 0,9 mm e, logo após, foram feitos cortes perpendiculares para obtenção de palitos de aproximadamente 0,9 mm² (HIRATA *et al.*, 2015). Esses palitos foram levados a uma máquina de ensaio universal EMIC (EMIC-2000, INSTRON, São José dos Pinhais, Brasil), fixados pelas extremidades com cola de cianoacrilato (Super Bonder POWER FLEX GEL 2 g Transparente LOCTITE®) e testados sob força de tração, a uma velocidade de 1 mm/min, utilizando célula de carga de 500 N, até ocorrer a ruptura do espécime. Após o corte, as amostras foram cuidadosamente removidas e suas áreas de seção transversal medidas com paquímetro digital, com precisão de 0,01 mm. A tensão necessária para causar a ruptura dos espécimes foi determinada pela razão entre a carga (N), no momento da fratura, e a área da seção transversal do espécime em

mm². Os valores foram transformados em MPa e submetidos à análise estatística. Os palitos que fraturaram prematuramente durante o teste de microtração foram considerados como valor zero, nas médias dos palitos de cada dente para fins estatísticos.

3.13 Espectroscopia Micro-Raman (FTR)

A espectroscopia foi realizada no Espectrofotômetro Raman (Xplora HORIBA Scientific, Paris, França), em três blocos, por grupo de esmalte e dentina hígido e desmineralizado submetidos aos tratamentos. O Micro-Raman foi realizado para observar se ocorreu alguma alteração química na superfície dos espécimes. Os espectros foram recolhidos num Espectrômetro FT-Raman (RFS 100/ S- Bruher Inc., Karlsruhe, Alemanha), com *laser* infravermelho, com comprimento de onda de 638 nm para os blocos de esmalte, e com *laser* verde, com comprimento de onda 532 nm para os blocos de dentina. O *laser* foi utilizado a 1% com uma exposição de 10 s. (ALVES; SANTOS; RODRIGUES, 2016).

Os espécimes foram colocados sobre uma lâmina de vidro e foram examinados por um microscópio Olympus acoplado ao sistema Raman e três pontos aleatórios foram escolhidos. O primeiro ponto foi localizado na região central do bloco de esmalte ou dentina e os outros foram localizados à direita e à esquerda deste primeiro ponto, fazendo três acumulações de 10 s em cada ponto do esmalte e 3 s em cada ponto da dentina. A distância entre os pontos foi de 1 mm. O feixe de luz foi focado na superfície da amostra com uma objetiva x 100. O raio do feixe foi de 1 µm e a irradiação de potência do laser sobre as amostras foi de 17 mW. O sistema Raman foi calibrado com um semicondutor de silício, utilizando o pico Raman a 600 cm⁻¹. Todos os espectros foram coletados na região de 800 a 2000 cm⁻¹, no esmalte e na região de 100 a 4000 cm⁻¹, na dentina e permitiram a caracterização dos componentes minerais (hidroxiapatita) e orgânicos (essencialmente colágeno).

A estatística foi realizada com base na área dos picos e a imagem dos picos foi identificada para cada banda usando um sistema de *software* OriginPro (versão 8.6, 32 bits, sistema operacional: 7, Copyright 2012, OriginLab Corporation, Northampton, MA, EUA) (ALVES; SANTOS; RODRIGUES, 2016).

3.14 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O MEV foi realizado em três blocos de esmalte e dentina hígidos e desmineralizados submetidos aos diferentes tratamentos. Inicialmente, os blocos foram submetidos a um banho em ultrassom com água destilada, foram secos a vácuo por 24 h e fixados em um discos de alumínio (*stubs*), com fita de carbono ou adesivo contendo grafite em pó (Ceil, São Paulo, SP, Brasil). Seguidamente, foi feita a pulverização catódica com ouro para metalização. O tamanho das partículas e morfologia foram examinados através de detector de elétrons secundário em alto vácuo - MEV (Inspect™ S50, Jeol, Tóquio, Japão). As imagens foram analisadas visualmente em três ampliações diferentes (1000 X, 5000 X e 10000 X). (ALVES; SANTOS; RODRIGUES, 2016).

3.15 Análise estatística

Foram utilizados para análise dos resultados a distribuição de normalidade dos dados através do teste Kolmogorov-Smirnov, com nível de significância de 5% e poder estatístico de 95%. O *software* de programa BioEstat 5.3-para *Windows* (versão 5.3, de 2007, Belém, Pará, Brasil) foi utilizado.

Os dados da microdureza de superfície, foram analisados através da análise de variância ANOVA 2 fatores.

Na espectroscopia de Micro-Raman, para padronizar as medidas e permitir a comparação entre os grupos, a área dos picos foi usada como parâmetro. As médias das áreas dos picos foram comparadas através da análise de variância ANOVA 2 fatores (situação cárie e tratamentos).

O ângulo de contato foi analisado pela ANOVA 2 fatores (situação cárie e tratamentos) para medidas repetidas.

Os dados do cisalhamento (meias coroas) e microtração (coroas) foram analisados por ANOVA 3 fatores (situação cárie, técnica adesiva e tratamentos).

O pós-teste utilizado para as análises de variância foi o teste de Bonferroni.

4 RESULTADOS

ANÁLISES REALIZADAS A PARTIR DOS BLOCOS

4.1 Microdureza de Superfície (MDS)

Os resultados para perda de microdureza de superfície nos blocos de esmalte podem ser encontrados na Tabela 1; e os resultados dos blocos de dentina, na Tabela 2. Com relação à microdureza, os blocos entraram no experimento na mesma condição, metade dos espécimes sofreram perda mineral pelo modelo de biofilme *in vitro*. Em relação ao esmalte e dentina, não houve diferença entre os tratamentos, porém diferenças estatísticas em relação à desmineralização foram encontradas, confirmando que o modelo utilizado é cariogênico nas condições testadas.

Tabela 1 – Análise de Microdureza de Superfície dos blocos de esmalte, de acordo com os tratamentos (média ± DP)

| TRATAMENTOS | HÍGIDO | | | DESMINERALIZADO | | |
|-------------|-------------|-------------|-------------|-----------------|------------|------------|
| | INICIAL | FINAL | % SMC | INICIAL | FINAL | % SMC |
| CONTROLE | 284,87±10,7 | 278,02±23,9 | -2,21±9,90 | 288,10±1 | 17,23±6,10 | -93,96±2,0 |
| PLASMA | 286,33±11,6 | 247,20±89,8 | -13,86±30,5 | 308,05±16,8 | 14,18±4,84 | -95,90±1,8 |
| ARGÔNIO | 281,68±10,2 | 264,63±38,4 | -6,27±11,0 | 298,843±16,7 | 14,18±4,8 | -96,25±1,7 |

Os dados representam os valores médios e desvios padrões da perda de dureza (n=5).

Tabela 2 – Análise de Microdureza de Superfície dos blocos de dentina, de acordo com os tratamentos (média ± DP).

| TRATAMENTOS | HÍGIDO | | | DESMINERALIZADO | | |
|-------------|-----------|-----------|---------------|-----------------|------------|-------------|
| | INICIAL | FINAL | % SMC | INICIAL | FINAL | % SMC |
| CONTROLE | 57,84±4,5 | 48,66±8,3 | -16,20 ± 10,3 | 62,37±6,0 | 14,31±10,4 | -77,53±16,1 |
| PLASMA | 55,54±2,7 | 44,65±7,0 | -19,45 ± 13,4 | 59,18±1,9 | 14,4±4,9 | -75,60±8,3 |
| ARGÔNIO | 60,60±3,8 | 45,91±9,5 | -24,26 ± 15,6 | 60,30±3,0 | 12,73±6,1 | -79,00±9,8 |

Os dados representam os valores médios e desvios padrões da perda de dureza (n=5).

4.2 Espectroscopia Micro-Raman

A estatística foi realizada com base na área sob os picos, permitindo a caracterização dos componentes minerais (hidroxiapatita) e orgânicos (essencialmente colágeno). As bandas identificadas no esmalte foram: Carbonato (1070cm^{-1}) e Fosfato (958cm^{-1}). As bandas identificadas na dentina foram: Fosfato (958cm^{-1}), Carbonato (1070cm^{-1}), Prolina (854cm^{-1}), Hidroxiprolina (871cm^{-1}), Sub-banda amida I (1660cm^{-1}), Sub-banda amida I (1683cm^{-1}). No total, foram utilizados 36 blocos para esta análise, sendo $n=3$ para cada tratamento.

Para avaliação dos blocos de esmalte, hígidos e desmineralizados, foram avaliados os espectros de Micro-Raman após os tratamentos. Os espectros Micro-Raman para os três grupos de tratamento foram avaliados na região de $800\text{--}2000\text{cm}^{-1}$. A Tabela 3 mostra os resultados dos valores de p da espectroscopia Micro-Raman, em esmalte e dentina hígidos e desmineralizados, e dos fatores de interação entre a situação de cárie e tratamentos.

Tabela 3 – Análise de variância ANOVA (p-valor) - Resultados Micro-Raman em esmalte e dentina hígidos e desmineralizados.

| SUBSTRATO ESMALTE PICOS | FATORES | | |
|--|-----------------------|------------------------|-----------|
| | TIPO DE TRATAMENTO | CONDIÇÃO DO ESMALTE | INTERAÇÃO |
| FOSFATO (958cm^{-1}) | $p=0,051$ | $p<0,05$ | 0,000 |
| CARBONATO (1070cm^{-1}) | $p<0,05^*$ | $p<0,05$ | 0,000 |
| SUBSTRATO DENTINA PICOS | TIPO DE TRATAMENTO | CONDIÇÃO DA DENTINA | INTERAÇÃO |
| FOSFATO (958cm^{-1}) | $p=0,338$ | $p<0,05$ | 0,000 |
| CARBONATO (1070cm^{-1}) | $p=0,442$ | $p=0,205$ | 0,000 |
| AMIDA I (1660cm^{-1}) | $p=0,072$ | $p<0,05$ | 0,000 |
| PROLINA (854cm^{-1}) | $p=0,178$ | $p<0,05$ | 0,000 |
| HIDROXIPROLINA (871cm^{-1}) | $p=0,641$ | $p<0,05$ | 0,000 |
| AMIDA I (1683cm^{-1}) | $p=0,167$ | $p<0,05$ | 0,000 |

Resultado dos p-valores e fator de interação dos tratamentos e condição dos blocos de esmalte e dentina hígidos e desmineralizados. O * representa resultado estatisticamente significativo.

Os dados Micro-Raman do esmalte estão na Tabela 4. A estatística foi realizada com base na área dos picos do Fosfato (958 cm^{-1}) e do Carbonato (1070 cm^{-1}), que representam a fase mineral do esmalte. Para o fosfato (958 cm^{-1}), após o tratamento, não foram encontradas diferenças estatísticas entre os grupos, entretanto foram encontradas diferenças estatísticas para a condição de desmineralização. Para o Carbonato (1070 cm^{-1}), após o tratamento, foram encontradas diferenças estatísticas entre os grupos ($p = 0,005$), e para a condição de desmineralização ($p = 0,002$).

Tabela 4 – Dados do Micro-Raman para o Fosfato e Carbonato, após os tratamentos para os blocos esmalte hígidos e desmineralizados.

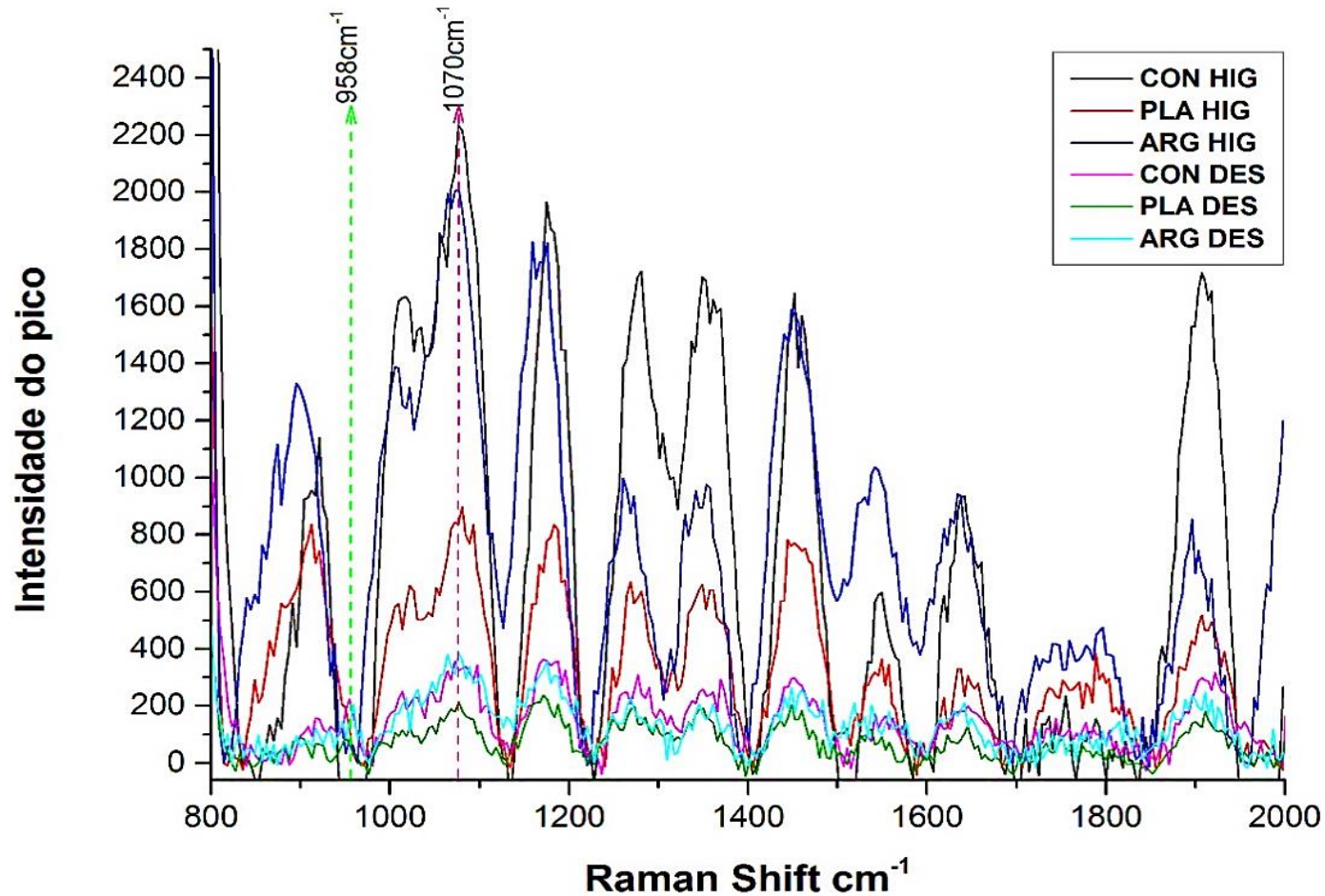
| TRATAMENTOS | FOSFATO (958cm^{-1}) | | CARBONATO (1070cm^{-1}) | |
|-----------------|---------------------------------|-----------------|------------------------------------|-----------------|
| | HÍGIDO | DESMINERALIZADO | HÍGIDO | DESMINERALIZADO |
| CONTROLE | 2413,81±1043,2 | 2899,27±813,7 | 4285,08±1043,7 | 6223,99±136,2 |
| PLASMA | 3402,49±685,2 | 605,17±205,0 | 2579,95±463,2 | 12042,09±2790,6 |
| ARGÔNIO | 1699,05±701,4 | 280,95±1077,4 | 6187,31±508,2 | 44784,11±8391,3 |

Médias e DP dos picos do Fosfato e do Carbonato, nos blocos de esmalte hígidos e desmineralizados.

Os picos utilizados para os blocos de esmalte hígidos e desmineralizados se encontram no gráfico 1.

Gráfico 1 – Espectroscopia Micro-Raman. Todos os picos esmalte hígidos e desmineralizados.

Gráfico Micro-Raman - Esmalte hígido e desmineralizado



Espectroscopia Micro- Raman mostrando que não houve diferença entre os picos dos grupos após os tratamentos. CON HIG (controle hígido) – linha preta, PLA HIG (plasma hígido) – linha vermelha, ARG HIG (argônio hígido) – linha azul escuro, CON DES (controle desmineralizado) - linha lilás; PLA DES (plasma desmineralizado) - linha verde claro, ARG DES (argônio desmineralizado) - azul claro. Seta verde= pico 958cm⁻¹; Seta rosa pink = pico de 1070cm⁻¹.

Para os blocos de dentina hígidos e desmineralizados, foram utilizados os espectros Raman após o tratamento. Os espectros Micro-Raman nas dentinas hígidas e desmineralizadas para os três grupos de tratamento foram avaliados na região de 100-4000 cm^{-1} . Os dados do Micro-Raman da dentina estão nas Tabela 5 e 6. A estatística foi realizada com base na área dos picos e permitiram a caracterização dos componentes minerais (hidroxiapatita) e orgânicos (essencialmente colágeno). As bandas identificadas na dentina foram: Fosfato (958 cm^{-1}), Carbonato (1070 cm^{-1}), Prolina (854 cm^{-1}), Hidroxiprolina (871 cm^{-1}), Sub-banda amida I (1660 cm^{-1}), Sub-banda amida I (1683 cm^{-1}).

No pico do Fosfato (958 cm^{-1}), Carbonato (1070 cm^{-1}), Amida I (1660 cm^{-1}), Prolina (854 cm^{-1}), Hidroxiprolina (871 cm^{-1}), Amida I (1683 cm^{-1}), após o tratamento, foram encontradas diferenças estatísticas para situação de desmineralização, porém não se obteve diferenças estatísticas entre os grupos.

Os picos utilizados para os blocos de dentina se encontram no gráfico 2.

Tabela 5 – Dados de Micro-Raman para os picos de Fosfato, Carbonato e Amida I, após os tratamentos dos blocos de dentina hígidos e desmineralizados.

| TRATAMENTOS | FOSFATO (958 cm ⁻¹) | | CARBONATO (1070cm ⁻¹) | | AMIDA I (1660cm ⁻¹) | |
|-----------------|---------------------------------|------------------|-----------------------------------|------------------|---------------------------------|------------------|
| | HÍGIDOS | DESMINERALIZADOS | HÍGIDOS | DESMINERALIZADOS | HÍGIDOS | DESMINERALIZADOS |
| CONTROLE | 1167,39±400,6 | 7742,34±2807,1 | 1644,81±337,4 | 15043,23±7805,8 | 1949,61±719,6 | 22622,76±3426,7 |
| PLASMA | 5370,17±3640,0 | 9421,20±3327,4 | 8322,41±3116,1 | 15763,35±2246,7 | 10309,87±4237,3 | 27066,41±2387,0 |
| ARGÔNIO | 4410,92±2456,1 | 11255,52±8874,1 | 17103,49±19083,2 | 13492,00±5905,2 | 19101,07±8251,9 | 27180,26±15026,7 |

Médias e DP dos picos do Fosfato, Carbonato e Amida I, nos blocos de dentina hígidos e desmineralizados.

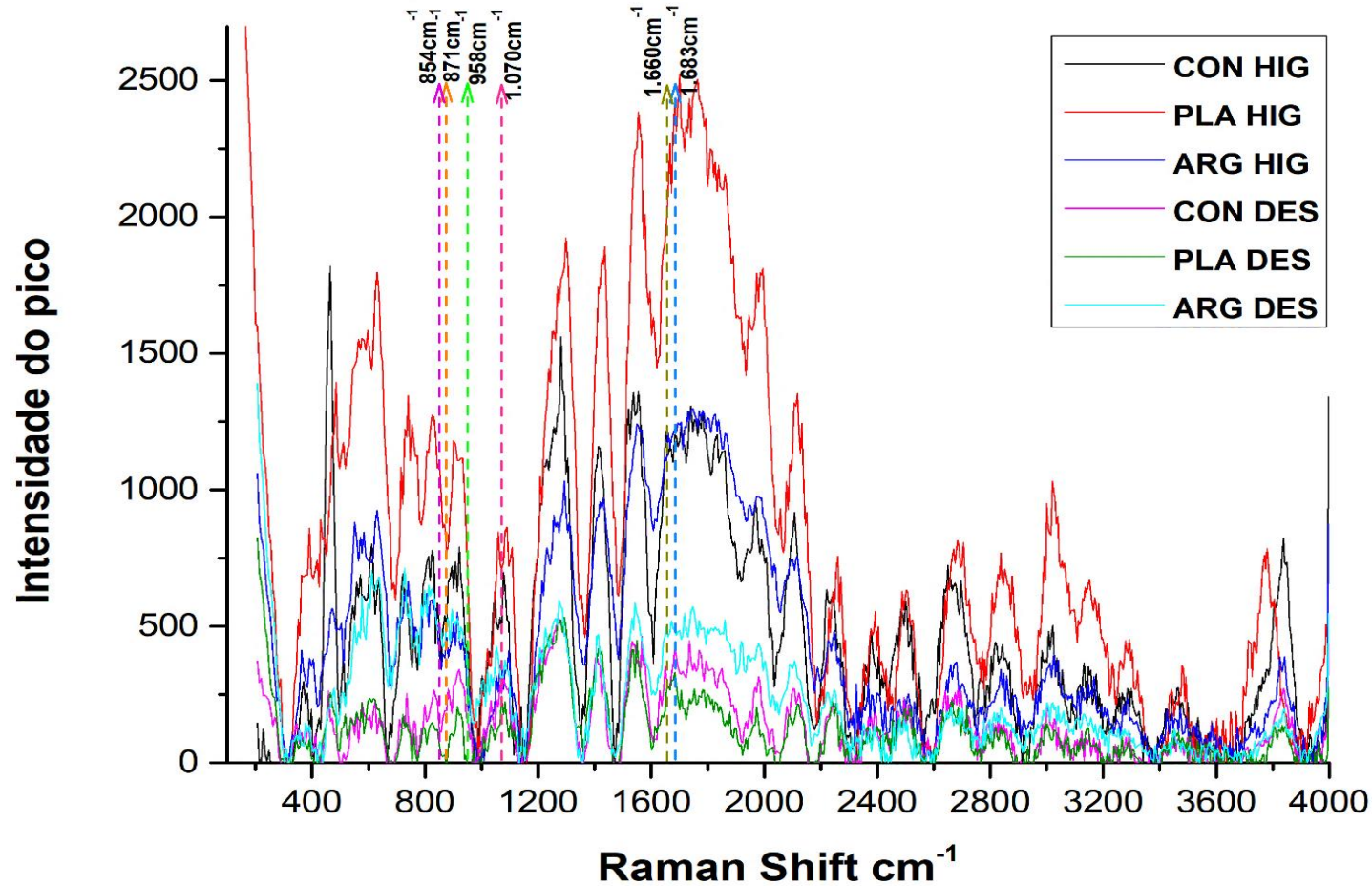
Tabela 6 – Dados do Micro-Raman para os picos de Prolina, Hidroxiprolina e Amida I, após os tratamentos dos blocos de dentina hígidos e desmineralizados.

| TRATAMENTOS | PROLINA (854cm ⁻¹) | | HIDROXIPROLINA (871 cm ⁻¹) | | AMIDA I (1683cm ⁻¹) | |
|-----------------|--------------------------------|------------------|--|------------------|---------------------------------|------------------|
| | HÍGIDOS | DESMINERALIZADOS | HÍGIDOS | DESMINERALIZADOS | HÍGIDOS | DESMINERALIZADOS |
| CONTROLE | 1517,38±651,6 | 10939,57±4263,0 | 1692,45±452,2 | 15753,41±10176,8 | 2975,72±88,3 | 20596,31±5097,8 |
| PLASMA | 5362,68±2148,0 | 20034,27±6158,4 | 5473,10±2783,3 | 17061,39±8504,8 | 9996,69±2342,3 | 27233,24±8443,3 |
| ARGÔNIO | 9365,35±8556,6 | 8802,87±1221,6 | 7065,73±3459,4 | 9000,12±2761,4 | 15442,18±5567,8 | 24304,16±14818,2 |

Médias e DP dos picos do Prolina, Hidroxiprolina e Amida I, nos blocos de dentina hígidos e desmineralizados.

Gráfico 2 – Espectroscopia Micro-Raman. Todos os picos de dentina hígidos e desmineralizados.

Gráfico Micro-Raman - Dentina hígida e desmineralizada

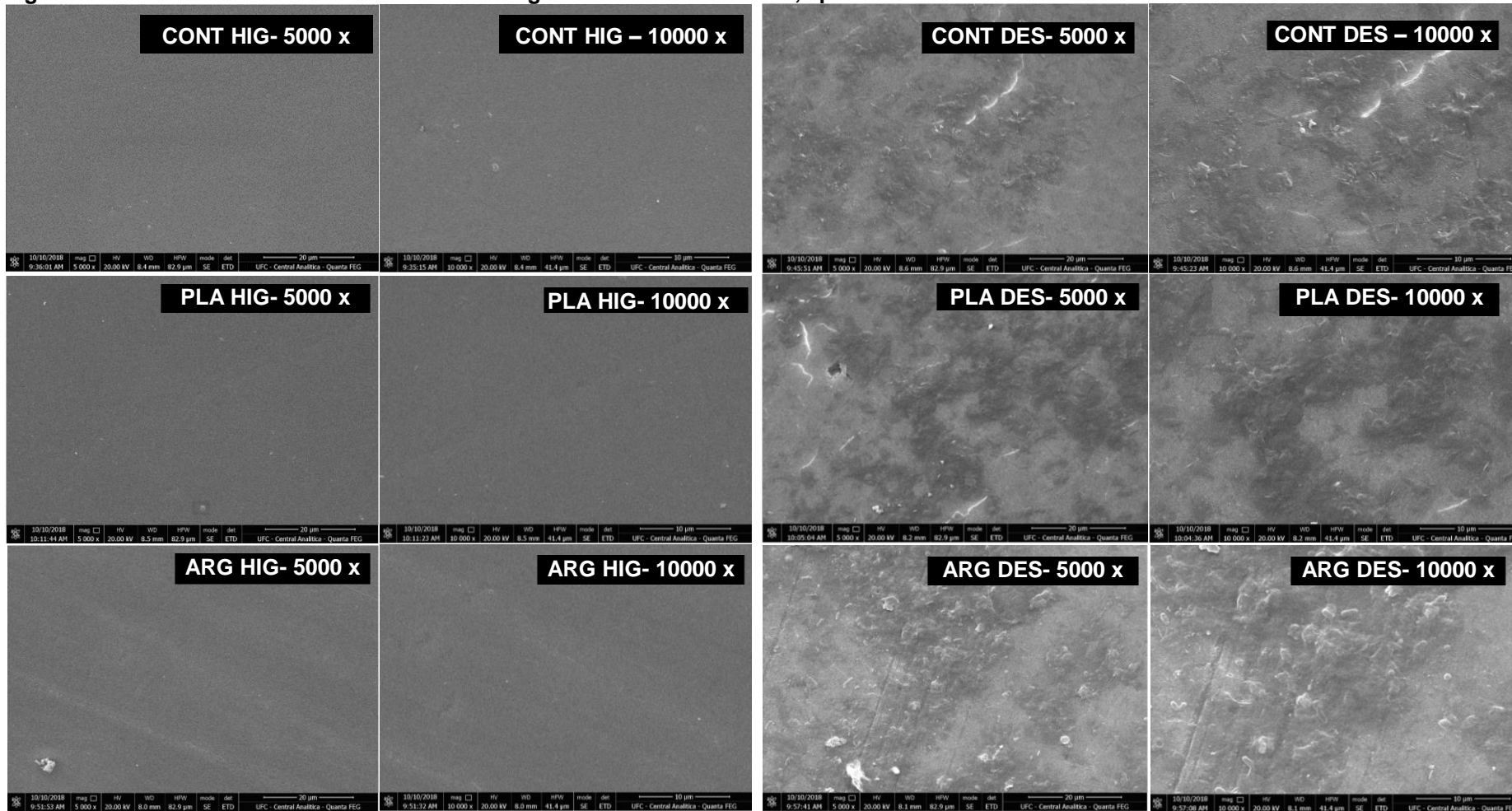


Espectroscopia Micro- Raman mostrando que não houve diferença entre os picos dos grupos após os tratamentos. CON HIG (controle hígido) - linha preta, PLA HIG (plasma hígido) - linha vermelha, ARG HIG (argônio hígido) - linha azul royal, CON DES (controle desmineralizado) - linha lilás; PLA DES (plasma desmineralizado) - linha verde claro, ARG DES (argônio desmineralizado) - azul claro. Seta lilás = Pico de 854 cm⁻¹; Seta laranja = pico de 871 cm⁻¹; Seta verde = pico 958 cm⁻¹; Seta rosa pink = pico de 1070 cm⁻¹; Seta verde escuro = 1660 cm⁻¹; Seta azul claro = 1683 cm⁻¹.

4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

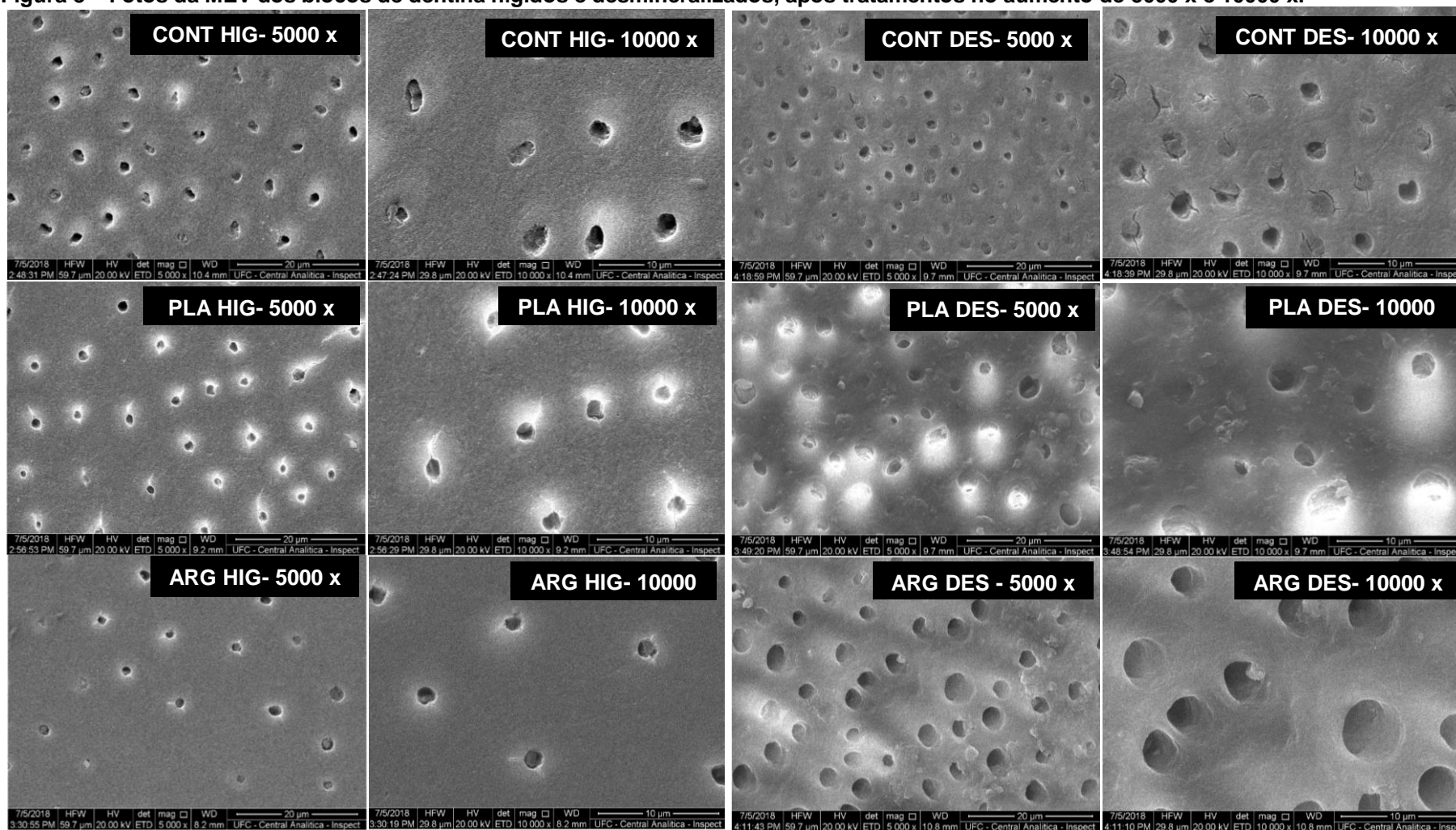
A análise qualitativa da MEV mostrou que os tratamentos não alteraram a superfície do esmalte hígidos e desmineralizados, bem como da dentina hígida, sendo observadas superfícies lisas e homogêneas, no aumento de 5000 x e 10000 x, para os grupos hígidos e superfície rugosas para os grupos desmineralizados, conforme Figura 7 e 8, respectivamente. Entretanto observou-se uma maior abertura dos túbulos dentinários na dentina desmineralizada dos grupos de plasma e argônio, no aumento de 5000 x e 10000 x.

Figura 7 – Fotos da MEV dos blocos de esmalte hígidos e desmineralizados, após tratamentos no aumento de 5000 x e 10000 x.



A primeira e a segunda coluna de imagens mostram as áreas de esmalte hígidos, nos aumentos de 5000 x e 10000 x, respectivamente. A terceira e a quarta coluna de imagens mostram as áreas de esmalte desmineralizado, nos aumentos de 5000 x e 10000 x, respectivamente. CONT HIG (controle hígido), PLA HIG (plasma hígido), ARG HIG (argônio hígido), CONT DES (controle desmineralizado), PLA DES (plasma desmineralizado), ARG DES (argônio desmineralizado).

Figura 8 – Fotos da MEV dos blocos de dentina hígidos e desmineralizados, após tratamentos no aumento de 5000 x e 10000 x.



A primeira e a segunda coluna de imagens mostram as áreas de dentina hígida, nos aumentos de 5000 x e 10000 x, respectivamente. A terceira e a quarta coluna de imagens mostram as áreas de dentina desmineralizada, nos aumentos de 5000 x e 10000 x, respectivamente. CONT HIG (controle hígido), PLA HIG (plasma hígido), ARG HIG (argônio hígido), CONT DES (controle desmineralizado), PLA DES (plasma desmineralizado), ARG DES (argônio desmineralizado).

5.4 Ângulo de contato

Os resultados do ângulo de contato não apresentaram diferenças estatisticamente significativas após os tratamentos para o esmalte e dentina hígidos e desmineralizados (Tabelas 7 e 8, respectivamente). Entretanto, houve redução significativa do ângulo da gota nos grupos de dentina desmineralizada, submetida aos tratamentos de plasma e do argônio.

Tabela 7 – Resultado dos p-valores do ângulo (°) de contato em blocos de esmalte hígidos e desmineralizados após o tratamento.

| ESMALTE | TRATAMENTOS | P-PÓS |
|-----------------|-------------|-------|
| HÍGIDO | CON | 0,260 |
| | PLA | 0,357 |
| | ARG | 0,474 |
| DESMINERALIZADO | CON | 0,101 |
| | PLA | 0,294 |
| | ARG | 0,170 |

Resultado dos p-valores pós tratamentos(P-PÓS) nos blocos de esmalte hígidos e desmineralizados.

Tabela 8 – Resultado dos p-valores do ângulo de contato nos blocos de dentina hígidos e desmineralizados.

| DENTINA | TRATAMENTOS | P-PÓS |
|-----------------|-------------|---------------|
| HÍGIDO | COM | 0,333 |
| | PLA | 0,189 |
| | ARG | 0,581 |
| DESMINERALIZADO | COM | 0,212 |
| | PLA | 0,022* |
| | ARG | 0,033* |

Resultado dos p-valores após tratamentos(P-PÓS) nos blocos de dentina hígidos e desmineralizados. O * representa resultado estatisticamente significativo.

4.5 Resistência ao Cisalhamento

Para os dados de resistência de união em relação aos tratamentos (CON, PLA, ARG), não apresentaram diferenças estatísticas entre os grupos ($p=0,235$), porém houve diferença em relação à desmineralização do substrato ($p= 0,004$) e ao tipo da técnica adesiva utilizada ($p= 0,007$), sendo a técnica de condicionamento total a que apresentou maior média ($\pm 7,857$) (Tabela 9).

Tabela 9 – Valores de resistência ao cisalhamento (+- DP), em megapascal (MPa), em substratos de esmalte submetidos a diferentes tratamentos e diferentes técnicas adesivas em meias coroas de esmalte hígidos e desmineralizados.

| SUBSTRATOS | AUTOCONDICIONANTE | | | CONDICIONAMENTO TOTAL | | |
|---------------|-------------------|----------|-----------|-----------------------|----------|-----------|
| | CONTROLE | ARGÔNIO | PLASMA | CONTROLE | ARGÔNIO | PLASMA |
| HÍGIDO | 2,48±1,2 | 7,80±5,2 | 2,80±22,1 | 11,02±6,2 | 9,10±4,5 | 13,54±4,8 |
| DES | 2,41±1,6 | 4,82±2,9 | 8,36±2,5 | 4,40±1,7 | 4,12±1,5 | 4,93±2,0 |

Os dados representam os valores médios e desvios padrões (n=5).

4.6 Resistência de união

Na dentina hígida e desmineralizada, não houve diferenças estatísticas quanto ao tratamento ($p= 0,273$), mas o fator desmineralização mostrou menor resistência de união ($p= 0,002$), assim como o fator condicionamento ($p= 0,021$) que demonstrou maior média ($\pm 27,428$) pela técnica de condicionamento total (Tabela 11).

Tabela 10 – Valores de resistência de união (+- DP), em mega pascal (MPa), em substratos de dentina submetidos a diferentes tratamentos e diferentes técnicas adesivas em coroas de dentina hígidas e desmineralizadas.

| SUBSTRATOS | AUTOCONDICIONANTE | | | CONDICIONAMENTO TOTAL | | |
|---------------|-------------------|------------|-----------|-----------------------|-----------|------------|
| | CONTROLE | ARGÔNIO | PLASMA | CONTROLE | ARGÔNIO | PLASMA |
| HÍGIDO | 29,79±15,9 | 31,38±6,0 | 16,91±4,1 | 28,97±4,6 | 32,27±5,5 | 32,42±11,7 |
| DES | 23,76±3,9 | 7,3378±3,0 | 18,84±2,5 | 26,15±5,4 | 21,62±3,4 | 23,37±4,7 |

Os dados representam os valores médios e desvios padrões (n=5).

5 DISCUSSÃO

Neste estudo, foi avaliado o efeito do plasma de argônio em blocos de esmalte e de dentina, a fim de avaliar se haveria algum tipo de alteração na estrutura desses blocos após o tratamento. Para tanto, as técnicas de microdureza de superfície, Micro-Raman, MEV e ângulo de contato foram utilizados, tanto para blocos de esmalte e de dentina hígidos e desmineralizados. O tempo de 1 min foi utilizado nesse estudo por ser o tempo mínimo necessário para obtenção de efeito antimicrobiano, estando próximo também dos tempos relatados para obtenção de efeito na adesão ao substrato (RITTS *et al.*, 2010). Estudos utilizando o plasma obtiveram efeito nos substratos dentários utilizando tempos de jateamento variando entre 5s a 100s, possibilitando também a sua aplicação clínica (RITTS *et al.*, 2010).

No entanto, neste estudo não obtivemos resultados significativos na alteração do substrato com o tempo de 1 min de aplicação, o que pode ser justificado pelo trabalho de Chen *et al.* (2011), no qual os autores obtiveram melhores resultados com menores tempo de jateamento do plasma. Adicionalmente, foram feitos testes com meias coroas de esmalte e coroas de dentina, a fim de avaliar o efeito dos tratamentos na resistência ao cisalhamento e a resistência de união, respectivamente com duas técnicas adesivas de condicionamento total e autocondicionante.

Semelhante a Teixeira *et al.* (2011) a desmineralização em esmalte e dentina foi observada utilizando modelo microbiológico de cinco dias. Observou-se a redução na microdureza superficial do esmalte e da dentina, demonstrando que o modelo cariogênico utilizado foi efetivo. A perda de dureza de superfície resultante neste estudo se assemelha aos resultados encontrados por Park *et al.* (2014). Conforme esperado, o tratamento com o plasma ou com o gás de argônio não causou alterações na superfície do esmalte e dentina, demonstrando que a terapia é segura na preservação das estruturas irradiadas, a fim de melhorar a adesão das estruturas dentárias aos adesivos.

A espectroscopia Micro-Raman permitiu analisar a composição molecular das superfícies dentárias de esmalte e dentina submetidas aos tratamentos. Essa análise gerou picos representativos da intensidade do sinal, de acordo com a presença de determinado mineral. As análises matemáticas podem ser realizadas para permitir a

comparação entre os grupos (TRAMINI *et al.*, 2000). A leitura em três pontos diferentes com três acumulações na superfície dos blocos permitiu comparar estatisticamente a média da área dos picos nos diferentes tratamentos (RODRIGUES *et al.*, 2005). Não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas para o pico do fosfato em esmalte entre os diferentes tratamentos, corroborando com os resultados encontrados por Alves (2015). Porém, para o pico do carbonato em esmalte foi observada diferença estatística em relação ao tratamento com argônio. Para todos os picos avaliados na dentina hígida e desmineralizada, não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas após os tratamentos, corroborando com os resultados encontrados por Ayres *et al.* (2018) e contrapondo-se a Ritts *et al.* (2010), que relataram um aumento no número de grupos carbonila na dentina desmineralizada com ácido fosfórico tratada com plasma de argônio (RITTS *et al.*, 2010).

Ao considerar os resultados da MEV, o tratamento com plasma de argônio não alterou a topografia do esmalte e dentina hígidos e esmalte desmineralizado corroborando com Chen *et al.* (2013) que também não encontraram modificações na superfície dos espécimes de esmalte após o tratamento com o plasma. No entanto, em relação à dentina desmineralizada, observou-se uma maior abertura dos túbulos dentinários após o tratamento com plasma de argônio e gás de argônio corroborando com Dong *et al.* (2015) e Stasic *et al.* (2018). O fato de os tratamentos testados não apresentarem nenhuma alteração topográfica significativa nas estruturas tratadas já foi confirmada por outros autores (KIM *et al.*, 2014), incentiva a utilização *in vivo* dessa terapia (FLUHR *et al.*, 2012) e o fato de se observar uma maior abertura dos túbulos dentinários nos substratos de dentina desmineralizada, poderia aumentar a penetração dos adesivos dentinários, podendo assim melhorar a adesão ao substrato.

Adicionalmente, os ângulos de contato têm sido amplamente usados para medir a molhabilidade de diferentes substratos, sendo considerado ferramenta útil para refletir a tensão superficial e a molhabilidade de um substrato a água. Ângulos de contato maiores refletem propriedade hidrofóbicas das superfícies e estão diretamente relacionados à composição química dos substratos. (XU *et al.*, 2009). Neste estudo, os resultados do ângulo de contato para os blocos de esmalte e dentina hígidos e blocos de esmalte desmineralizados não apresentaram diferenças estatisticamente significativas. No entanto, os blocos de dentina desmineralizados

tratados com plasma e com gás de argônio apresentaram melhor molhabilidade ($p < 0,05$), o que favorece o aumento da energia de superfície e o escoamento do adesivo para a dentina. Resultados semelhantes foram encontrados por Hirata *et al.* (2015) e Stasic *et al.* (2018) que também relataram melhor ação de alguns adesivos após o tratamento com o plasma. Nesta pesquisa, avaliando a dentina desmineralizada, observou-se redução média no ângulo de $6,75^\circ$ e de $6,52^\circ$, respectivamente, para o tratamento com plasma e gás de argônio após 60 s do tratamento. Esses resultados são particularmente interessantes considerando que o foco principal quando se usa um sistema adesivo é a dentina cariada uma vez que não se restauramos dentes hígidos. Dessa forma, conseguir melhor molhamento na dentina desmineralizada é importante para uma futura aplicação clínica do uso do plasma de argônio, corroborando com Chen *et al.* (2013) que também encontraram reduções significativas nos ângulos de contato de substratos de dentina submetidos ao tratamento com plasma.

Para avaliar o efeito do plasma na resistência ao cisalhamento do esmalte hígido e desmineralizado, foram utilizadas meias coroas de esmalte. Os resultados deste estudo não demonstraram diferenças estatísticas em função dos tratamentos utilizados. Como esperado, o tipo de substrato (hígido ou desmineralizado) influenciou significativamente na resistência ao cisalhamento. Além disso, a técnica adesiva teve influência nos resultados, de modo que o condicionamento total apresentou melhores resultados para o esmalte. Esses resultados diferem dos encontrados por Teixeira *et al.* (2014), que utilizando procedimentos de união em selantes com substrato de esmalte, e tratando as superfícies previamente com PBT, demonstraram que o tratamento com plasma aumentou a energia de superfície, a molhabilidade e a resistência de união entre o esmalte e o selante, sugerindo que o PBT apresenta potencial como substituto para procedimentos de ataque ácido melhorando a união do selante resinoso ao esmalte. Esses resultados podem ter sido encontrados em função do tempo de aplicação do plasma que neste estudo foi de 60 segundos e no trabalho de Teixeira *et al.* (2014) foi de apenas 15 s. Chen *et al.* (2013), ao testar diferentes tempos de aplicação do plasma, previamente a técnicas adesivas, encontraram melhores resultados para o efeito do plasma de baixa temperatura nas superfícies, quando tempo menores de aplicação eram utilizados (5 s e 15 s).

Kim *et al.* (2016), testou o tratamento com plasma em superfícies de dentina desmineralizadas através do ataque ácido por 15 s verificando melhores resultados para a microtração e concluindo que o tratamento com plasma após o tratamento com o ácido umidificaria a superfície da dentina, formando *tags* mais longos e melhorando a adesão entre os substratos. Dong *et al.* (2015), utilizou o tratamento com plasma de argônio e verificou melhoria da ligação da interface adesivo/dentina usando um sistema autocondicionante. Tais resultados foram atribuídos ao fato de que o tratamento com plasma seguido de reumidificação poderia abrir parcialmente os túbulos dentinários, aumentando a penetração do adesivo e formar uma camada híbrida mais espessa, *tags* de resina mais longos, melhorando a qualidade da interface adesivo/dentina. Em nosso estudo, no entanto, o plasma de argônio foi utilizado previamente à técnica de condicionamento total, sem, entretanto, realizar a reumidificação da dentina após o tratamento com o mesmo, o que pode justificar os resultados encontrados.

O estudo de Wang, Spencer e Walk (2007) relatou que a microtração realizada em interfaces de dentina afetada/adesivo é menor que em dentes sadios. Entre as limitações da técnica do teste de microtração, tem-se a necessidade de manipulação dos espécimes após a aplicação do adesivo. Neste estudo, devido à área de aplicação do plasma ter sido restrita a 10 mm em torno do fluxo central do plasma, o número dos espécimes também tiveram que ser reduzidos, o que pode ter produzido excessivas fraturas precoces. Segundo Van Meerbeek *et al.* (2010), esta preparação dos espécimes pode resultar na adesão a falhar com menor força durante a realização do teste. No presente estudo, as falhas prévias durante o teste de microtração foram consideradas com valor zero, por esse motivo, não se pôde saber com exatidão qual a magnitude das forças a que foram sujeitos.

Apesar de obtermos melhora em somente em alguns parâmetros testados na dentina desmineralizada, MEV e ângulo de contato, e esse resultado não se confirmar nos testes mecânicos, podendo estar relacionado à sensibilidade dos testes mecânicos devido o tamanho dos nossos substratos, se torna relevante, pois quando se usa um sistema adesivo o foco principal é a dentina cariada, já que não se restaura um substrato hígido. É necessário que os estudos laboratoriais, avancem para testes em animais, para que assim os tratamentos com plasma possam ser testados clinicamente (GHERARDI; TONINI; COLOMBO, 2018).

7 CONCLUSÃO

Ao considerar as limitações deste estudo *in vitro* e avaliar a influência do plasma de argônio na força de união de duas técnicas adesivas em substratos de esmalte e dentina humanos hígidos e desmineralizados, pode-se concluir que apesar do plasma não apresentar resultados significativos dos testes mecânicos, o plasma pode ser um alternativa promissora em relação aos substratos de dentina desmineralizada, pois houve melhora dos parâmetros testados em relação ao MEV e ângulo de contato, sendo relevante, para futuros testes com aplicação clínica.

AGRADECIMENTOS

Esta pesquisa foi realizada com financiamento de recursos oriundos do Programa Ciência sem Fronteiras, e os termos da Chamada de Projetos nº 09/2014 – 1º Cronograma – Pesquisador Visitante Especial Número do Processo: 88881.062159/2014-01, Número da Proposta: 189422.

REFERÊNCIAS

- ARINELLI, A. M. D. *et al.* Sistemas adesivos atuais. **Revista Brasileira de Odontologia**, [s.l.], v. 73, n. 3, p. 242–246, jul./set. 2016.
- AYRES, A. P. *et al.* Effect of non-thermal atmospheric plasma on the dentin-surface topography and composition and on the bond strength of a universal adhesive. **European Journal Of Oral Sciences**, [s.l.], v. 126, n. 1, p.53-65, 11 nov. 2018. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1111/eos.12388>.
- ALVES, R. H. P. **Efeitos do plasma de baixa temperatura sobre os substratos esmalte e dentina**. 2015. 44 f. Dissertação (Mestrado em Odontologia) - Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.
- ALVES, J. **Avaliação da resistência de união dos sistemas adesivos na dentina sadia e fetada por cárie em dentes humanos**. 2011. 86 f. Dissertação (mestrado em Odontologia) – Curso de Odontologia da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, 2011. <https://posgraduacao.ufms.br/portal/trabalho-arquivos/download/325>.
- ALVES, K. S. S. **Efeito do plasma de baixa temperatura e pressão no biofilme oral formado sobre esmalte em um modelo in situ**. 2016. 58 f. Tese (Doutorado em Odontologia) - Curso de Odontologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2016. <http://www.repositorio.ufc.br/handle/riufc/20128>.
- ARORA, V. *et al.* Cold Atmospheric Plasma (CAP) in Dentistry. **Dentistry**, [s.l.], v. 4, n. 1, p. 189-93, 2014.
- CHA, S.; PARK, Y. S. Plasma in dentistry. **Clinical Plasma Medicine**, [s.l.], v. 2, n. 1, p.4-10, jul. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cpme.2014.04.002>.
- CHEN, M. *et al.* Surface modification of several dental substrates by non-thermal, atmospheric plasma brush. **Dental Materials**, [s.l.], v. 29, n. 8, p. 871–880, 2013. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2013.05.002>.
- COLOMBO, L.; MATAFORA, F. L.; MORO, A. F. V. Condicionamento de superfícies na Odontologia com plasma de argônio: uma revisão de literatura. **Rev. bras. odontol.**, Rio de Janeiro, [s.l.], v. 71, n. 1, p. 85-8, jan./jun. 2014.
- DANTAS, M. C. C. *et al.* Comparison between the Effect of Plasma and Chemical Treatments on Fiber Post Surface. **Journal of Endodontics**, [s.l.], v. 38, n. 2, p.215-218, fev. 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2011.10.020>.
- DELBEN, J. A.; ZAGO, C. E.; TYHOVYCH, N. Effect of Atmospheric-Pressure Cold Plasma on Pathogenic Oral Biofilms and In Vitro Reconstituted Oral Epithelium. **PLoS one**, [s.l.], v. 11, n. 5, p. 1–18, 2016.

DONG, X. *et al.* Evaluation of plasma treatment effects on improving adhesive-dentin bonding by using the same tooth controls and varying cross-sectional surface areas. **European Journal Of Oral Sciences**, [s.l.], v. 121, n. 4, p.355-362, maio, 2013. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1111/eos.12052>.

DONG, X. *et al.* Plasma treatment of dentin surfaces for improving self-etching adhesive/dentin interface bonding. **Clin Plasma Med**. [s.l.], v. 3, n. 1, p. 10–16, june, 2015. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cpme.2015.05.002>.

DUARTE, S. *et al.* Inhibitory effects of cranberry polyphenols on formation and acidogenicity of *Streptococcus mutans* biofilms. **Fems Microbiology Letters**, [s.l.], v. 257, n. 1, p.50-56, abr. 2006. Oxford University Press (OUP). <http://dx.doi.org/10.1111/j.1574-6968.2006.00147.x>.

DUARTE, S. *et al.* Air plasma effect on dental disinfection. **Physics of Plasmas**, [s.l.], v. 18, n. 7, p. 0735031-0735037, Jul. 2011.

FLUHR, J. W. *et al.* In vivo skin treatment with tissue-tolerable plasma influences skin physiology and antioxidant profile in human stratum corneum. **Experimental Dermatology**, [s.l.], v. 21, p. 130-134, 2012.

GARCIA, B. A. **Efeitos do tratamento com plasma não térmico em superfícies de titânio e materiais cerâmicos**. 2016. 79f. Dissertação (Mestrado em Odontologia) - Curso de Odontologia, Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem. <http://www.repositorio.ufc.br/handle/riufc/16260>.

GARY, A. Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry? **Compend Contin Educ Dent**. [s.l.], v. 36, n. 1, p. 15-26, 2015.

GHERARDI, M.; TONINI, R.; COLOMBO, V. Plasma in Dentistry: Brief History and Current Status. **Trends in Biotechnology**, [s.l.], v. 36, n. 6, p. 583–585, 2018. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tibtech.2017.06.009>.

GOES, M. F., SHINOHARA, M. S., FREITAS, M. S. Performance of a new one-step multi-mode adhesive on etched vs non-etched enamel on bond strength and interfacial morphology. **J Adhes Dent**. [s.l.], v. 16, n. 3, p. 243-50, 2014.

GONÇALVES, M. N. *et al.* Radiation therapy alters microhardness and microstructure of enamel and dentin of permanent human teeth. **Journal of Dentistry**, [s.l.], v. 42, p. 986-992, 2014. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2014.05.011>.

HIRATA, R. *et al.* Long-term Adhesion Study of Self-etching Systems to Plasma-treated Dentin. **The journal of adhesive dentistry**, [s.l.], v. 17, n. 3, p. 227–33, 2015. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/26159128>.

HIRATA, R. *et al.* Short- and Long-term Evaluation of Dentin-Resin Interfaces Formed by Etch-and-Rinse Adhesives on Plasma-treated Dentin. **J Adhes Dent**, [s.l.], v. 18, p. 215–222, 2016.

HOFFMANN, C.; BERGANZA, C.; ZHANG, J. Cold Atmospheric Plasma: methods of production and application in dentistry and oncology. **Medical gas research**, [s.l.], v. 3, n. 1, p. 21, 2013.

<http://www.pubmedcentral.nih.gov/articlerender.fcgi?artid=4016545&tool=pmcentrez&rendertype=abstract>.

HOLLIS, J. Better dental bonds means fewer trips to dentist college of engineering, University of Missouri 18 jun, 2012. Disponível em: Better dental bond means fewer trips to the dentist - Engineering | Engineering // Mizzou // University of Missouri. Acesso em 03/10/2016.

KIM, J. H. *et al.* Plasma in dentistry: A review of basic concepts and applications in dentistry. **Acta Odontológica Scandinavica**, [s.l.], v. 72: p. 1–12, 2014.

KIM, J. H. *et al.* Promotion of adhesive penetration and resin bond strength to dentin using non-thermal atmospheric pressure plasma. **Eur J Oral Sci**, [s.l.], n. 15, p. 89–95, 2016.

LANDUYT, K. L. VAN. *et al.* Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. **Biomaterials**, v. 28, n. 26, p. 3757–3785, 2007.

LOGUERCIO A. D. *et al.* A new universal simplified adhesive: 36-month randomized double-blind clinical trial. **J Dent**. [s.l.], V. 43, n. 9, p. 1083-92, 2015.

MARSHALL, G. W. *et al.* The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **J Dent**, [s.l.], v. 25, n. 13, p. 441–458, 1997.

MC LEAN D. E. *et al.* Enamel bond strength of new universal adhesive bonding agents. **Oper Dent**, [s.l.], v. 40, n. 4, p. 410-7, 2015.

MELLBERG, J. R.; PETROU, I. D.; GROTE, N. E. A Study of the Ability of an *in situ* Remineralization Model to Differentiate between the Effects of Two Fluoride Dentifrices that Produced Significantly Different Clinical Caries Results. **J Dent Res**, [s.l.], v. 71, n. 5, p.1169-1172, 1992.

MELO, M. A. S. *et al.* In vitro photodynamic antimicrobial chemotherapy in dentine contaminated by cariogenic bacteria. **Laser Physics**, [s.l.], v. 20, n. 6, p. 1504–1513, 2010.

MEREDITH, N. *et al.* Measurement of the microhardness and Young's modulus of human enamel and dentine using an indentation technique. **Archives of Oral Biology**, [s.l.], v. 41, p. 539-545.1996.

MUÑOZ, M. A. *et al.* Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. **J Dent**, [s.l.], v. 41, n. 5, p. 404-11, 2013.

- NAKAJIMA, M. *et al.* Tensile Bond Strength and SEM Evaluation of Caries-affected Dentin Using Dentin Adhesives. **Journal of Dental Research**, [s.l.], v. 74, n. 10, p. 1679–1688, 1995.
- NAKAJIMA, M. *et al.* Bonding to caries- affected dentin. **Japanese Dental Science Review**, [s.l.], v. 10, p. 10-16, 2011.
- NICHOLSON, D. R. Introduction to Plasma Theory. [S.l.]: **John Wiley & Sons**, 1983.
- PARK, B.G. *et al.* Effect of atmospheric-pressure plasma treatment on the adhesion characteristics of screen-printed Ag nanoparticles on polyimide. **J Nanosci Nanotechnol.** [s.l.], v. 14, n. 12, p. 9448-9453, 2014.
- PASHLEY, D. H. *et al.* State of the art etch-and-rinse adhesives. **Dental Materials**, v. 27, n. 1, p. 1–16, 2011.
- PEREIRA, P. N. R. *et al.* Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. **Dent Mater**, [s.l.], v. 15, n. 46, p. 15, p. 46-53, jan, 1999.
- PERDIGÃO, J.; MONTEIRO, P.; GOMES, G. In vitro enamel sealing of self-etch adhesives. **Quintessência Int**, [s.l.], v. 40, n. 3, p. 225-33, 2009.
- PIVETTA, M. R. *et al.* Bond Strength and Etching Pattern of Adhesive Systems to Enamel: Effects of Conditioning Time and Enamel Preparation. **Journal compilation © wiley periodicals, inc.** [s.l.], v. 20, n.5, p. 322-35, 2008.
- PORCIUNCULA, M. *et al.* Tecnologia de plasma na Odontologia: revisão de literatura revisão de literatura. **Rev. bras. odontol.**, Rio de Janeiro, [s.l.], v. 72, n. 1/2, p. 100-3, jan./jun. 2015.
- RITTS, A. C. *et al.* Dentin surface treatment using a non-thermal argon plasma brush for interfacial bonding improvement in composite restoration. **European Journal of Oral Sciences**, [s.l.], v. 118, n. 5, p. 510–516, 2010.
- RODRIGUES, L. K. A. *et al.* Assessment of enamel chemistry composition and its relationship with caries susceptibility. **Proc. of SPIE**, v. 5687, p. 132-139, 2005.
- RUPF, S.; LEHMANN, A.; HANNIG, M. Killing of adherent oral microbes by a non-thermal atmospheric plasma jet. **Journal of Medical Microbiology**. [s.l.], v. 59, p. 206-12. 9, 2010.
- SLADEK, R. E. J. *et al.* Plasma treatment of dental cavities: a feasibility study. **IEEE Transaction on Plasma Science**, [s.l.], v. 32, n. 4, p. 1540-3, Aug. 2004.
- SPENCER, P. *et al.* Interfacial chemistry of the dentin/adhesive bond. **J Dent Res**, [s.l.], v. 79, p. 1458-1463, 2000.

SILVA, N. R. F. A.; COELHO, P. G; BECHER, K. Surface characterization of Ti and Y-TZP following non-thermal plasma exposure. **J. Biomed Mater Res. Part B.** [s.l.], v. 99B, n. 1, p. 199-206, 2011.

STASIC, J. N. *et al.* Effects of non-thermal atmospheric plasma treatment on dentin wetting and surface free energy for application of universal adhesives. **Clinical Oral Investigations**, [s.l.], p.01-14, 18 jul. 2018. Springer Nature.
<http://dx.doi.org/10.1007/s00784-018-2563-2>.

STURROCK, P. A. Plasma Physics: An Introduction to the Theory of Astrophysical, Geophysical & Laboratory Plasmas. **Journal of Atmospheric and Terrestrial Physics**, [s.l.], v. 57, n. 10, p.1187-1187, ago. 1995. Elsevier BV.
[http://dx.doi.org/10.1016/0021-9169\(95\)90102-7](http://dx.doi.org/10.1016/0021-9169(95)90102-7).

TAGAMI, J.; TAO, L.; PASHLEY, D. H. Correlation among dentin depth, permeability, and bond strength of adhesive resins. **Dent Mater**, [s.l.], v. 6, n. 14, p. 45 –50, 1990.

TEIXEIRA, A. H. Effect of Photodynamic Antimicrobial Chemotherapy on in vitro and in situ Biofilms. **Caries Res**, v. 46, p. 549–554, 2012.

TEIXEIRA, H. S. *et al.* Influence of atmospheric pressure plasma treatment on mechanical proprieties of enamel and sealant bond strength. **Journal of biomedical materials research. Part B, Applied biomaterials**, [s.l.], p. 1–10, 2014.

VAN MEERBEEK, B. *et al.* Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Oper Dent**, [s.l.], v. 28, p. 215-235, 2003.

VAN MEERBEEK B. *et al.* State of the art of self-etch adhesives. **Dent Mater**, [s.l.], v. 27, n. 1, p. 17-28, 2011.

VALVERDE, G. B. *et al.* Surface characterization and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. **Journal of Dentistry**, [s.l.], v. 41, n. 1, p. 51–59, 2013.

VON WOEDTKE, T. H. *et al.* **Plasmas for medicine. Physics Reports.** [s.l.], v. 530, n. 4, p. 291-320, 2013.

WAGNER, A. *et al.* Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. **J Dent**, [s.l.], v. 42, n. 7, p. 800-7, 2014.

WANG, Y.; SPENCER, P.; WALK, M. P. Chemical profile of adhesive/caries affected dentin interfaces using Raman microspectroscopy. **J Biomed Mater Res A**, [s.l.], v. 81, n. 2, p. 279 – 286, May, 2007.

WANG, Y.; SPENCER, P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding. **J Dent Res**, [s.l.], v. 82, p. 141-145, 2003.

WEI, K. H. *et al.* SEM evaluation of resin-cariou dentin interfaces formed by two dentin adhesive system. **Dental materials**, [s.l.], v. 24, p. 880-887, 2008.

WELTMANN, K. D. *et al.* Atmospheric Pressure Plasma Jet for Medical Therapy: Plasma Parameters and Risk Estimation. **Contributions To Plasma Physics**, [s.l.], v. 49, n. 9, p. 631-640, nov. 2009. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/ctpp.200910067>.

WHITE, D. J.; FEATHERSTONE, J. D. B. A. Longitudinal Microhardness Analysis of Fluoride Dentifrice Effects on Lesion Progression in vitro. **Caries Res**, [s.l.], v. 21, n. 6, p. 502-512, 1987.

XU, C. *et al.* Chemical/molecular structure of the dentin–enamel junction is dependent on the intratooth location. **Calcified Tissue International**. [s.l.], v. 84, n. 3, p. 221–8, 2009.

YE, H. *et al.* Zhou Y. Aging effects of fiber post surface treatment with nonthermal plasma. **The International Journal of Prosthodontics**. [s.l.], v. 25, n. 5, p. 509-11, 2012.

ZHANG, Y.; YU, Q.; WANG. Y. Non-thermal atmospheric plasmas in dental restoration: Improved resin adhesive penetration. **J Dent. August**, [s.l.], v. 42, n. 8, p. 1033-1042, ago. 2014. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2014.05.005>.

APÊNDICE A

Termo de doação de dentes- (Resolução 466/12)

Declaro que doei _____ (*número e tipo de dentes*) à pesquisadora Daniela Nunes Pinto, a fim de colaborar com a realização da pesquisa intitulada **“EFEITO DO PLASMA DE ARGÔNIO NA FORÇA DE UNIÃO DE DUAS TÉCNICAS ADESIVAS EM SUBSTRATOS DE ESMALTE E DENTINA HUMANOS HÍGIDOS E DESMINERALIZADOS - estudo *in vitro*”**. Declaro, também, que esses dentes foram extraídos antes do meu conhecimento sobre a pesquisa citada acima, sendo armazenados em frasco único, o que impossibilita a identificação dos doadores.

Data:___/___/___

Assinatura:_____

RG:_____

APÊNDICE B

TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO (TCLE)

Você está sendo convidado pela pesquisadora Daniela Nunes Pinto como participante da pesquisa intitulada “**EFEITO DO PLASMA DE ARGÔNIO NA FORÇA DE UNIÃO DE DUAS TÉCNICAS ADESIVAS EM SUBSTRATOS DE ESMALTE E DENTINA HUMANOS HÍGIDOS E DESMINERALIZADOS - estudo *in vitro***”. Você não deve participar contra a sua vontade. Leia atentamente as informações abaixo e faça qualquer pergunta que desejar, para que todos os procedimentos desta pesquisa sejam esclarecidos.

1. **Título da Pesquisa:** EFEITO DO PLASMA DE ARGÔNIO NA FORÇA DE UNIÃO DE DUAS TÉCNICAS ADESIVAS EM SUBSTRATOS DE ESMALTE E DENTINA HUMANOS HÍGIDOS E DESMINERALIZADOS – estudo *in vitro*.
2. **Pesquisadores:** Daniela Nunes Pinto, Héllen Súzany Freire Silva, Adália Samara Gadêlha de Holanda Lima e Iriana Carla Junqueira Zanin dos Santos.
3. **Proposição:** Determinar a influência do plasma de argônio na força de união de duas técnicas adesivas em substratos de esmalte e dentina humanos hígidos e desmineralizados.
4. **Procedimentos do experimento:** Como parte da formação da película adquirida: a saliva humana será colhida de um doador saudável por estimulação com filme flexível. O participante orientado pelo pesquisador (em jejum e sem ter realizada a higiene oral previamente) deve coletar inicialmente 5mL de saliva, os quais serão descartados; após o descarte inicial, serão coletados 50mL de saliva do indivíduo, os quais ficarão armazenados em recipiente com gelo para sua conservação até a sua utilização.
5. **Local da pesquisa:** A coleta de saliva, assim como todo o experimento microbiológico serão realizados no Laboratório de Microbiologia e no Laboratório Multidisciplinar de Pesquisa Odontológica do Programa de Pós-Graduação em Odontologia do Curso de Odontologia da Universidade Federal do Ceará.
6. **Resultados esperados:** Espera-se que a saliva coletada, após mistura com tampão de adsorção e fluoreto de fenilmetilsulfônico, centrifugação e filtração contribua para a formação de uma película adquirida sobre os blocos de esmalte estéreis, permitindo a formação do biofilme a ser analisado após a aplicação dos tratamentos propostos.
7. **Análise crítica dos riscos e benefícios:** Não há nenhum risco potencial para o doador, além do incômodo de deslocar-se ao local da coleta em jejum e sem ter realizado a higiene oral. A coleta será realizada às 6h da manhã para evitar desconforto maior e após a conclusão será concedido um lanche ao doador pelo pesquisador responsável. Não há nenhum benefício direto além da contribuição do participante para a pesquisa realizada e o desenvolvimento da ciência.
8. **Forma de acompanhamento e assistência dos esclarecimentos:** Os participantes terão a garantia que suas dúvidas serão esclarecidas sobre os procedimentos, riscos, benefícios e outros assuntos relacionados com a pesquisa. Os pesquisadores se comprometem a proporcionar informações atualizadas durante a pesquisa, ainda que possa afetar a vontade do indivíduo em continuar participando.
9. **Retirada do consentimento:** Os participantes terão liberdade de se recusar a participar da pesquisa ou de retirar seu consentimento a qualquer momento, sem sofrer qualquer prejuízo ou represália.
10. **Garantia de sigilo:** Os pesquisadores se comprometem a resguardar todas as informações individuais, tratando-as com impessoalidade e não revelando a identidade do sujeito que as originou, durante e após o estudo. Além disso, as informações conseguidas através da sua participação não permitirão a identificação da sua pessoa, exceto aos responsáveis pela pesquisa e a divulgação destas só será feita entre os profissionais estudiosos do assunto. As imagens e os dados poderão ser publicados em revistas científicas, porém o nome dos

ANEXO A – APROVAÇÃO DO COMITÊ DE ÉTICA

UFC - UNIVERSIDADE
FEDERAL DO CEARÁ /



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: EFEITO DO PLASMA DE ARGÔNIO NA FORÇA DE UNIÃO DE DUAS TÉCNICAS ADESIVAS EM SUBSTRATOS DE ESMALTE E DENTINA HUMANOS HÍGIDOS E DESMINERALIZADOS - estudo in vitro

Pesquisador: DANIELA NUNES PINTO

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 86652518.2.0000.5054

Instituição Proponente: UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 2.583.243

Apresentação do Projeto:

Trata-se de um estudo in vitro, randomizado, experimental. O delineamento experimental deste projeto, utilizará para a realização dos experimentos in vitro 180 dentes humanos, na perspectiva do desenvolvimento de um novo agente adesivo que será usado em dentística restauradora. Além disso, para investigar o desempenho desse novo adesivo na presença de saliva, será feito um ensaio também in vitro usando saliva de doares saudáveis em um modelo de biofilme microbiológico.

Objetivo da Pesquisa:

Objetivo Primário:

Determinar a influência do plasma de argônio na força de união de duas técnicas adesivas em substratos de esmalte e dentina humanos hígidos e desmineralizados.

Objetivo Secundário:

Avaliar alterações na superfície dos substratos após aplicação plasma. Observar alterações no ângulo de contato e na molhabilidade do adesivo nos espécimes, após aplicação com o plasma. Avaliar a resistência de duas técnicas adesivas em esmalte e dentina humana hígida e desmineralizada, após aplicação plasma.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Riscos:

Endereço: Rua Cel. Nunes de Melo, 1000

Bairro: Rodolfo Teófilo

UF: CE

Telefone: (85)3366-8344

Município: FORTALEZA

CEP: 60.430-275

E-mail: comepe@ufc.br

Continuação do Parecer: 2.583.243

Não há riscos ao participante, a não ser a perda de sigilo das informações repassadas no termo, visto que os dentes utilizados serão extraídos por razões que não as desta pesquisa.

Benefícios:

Novas tecnologias para melhorar a adesão dos adesivos dentinários à superfície dentária

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Pesquisa relevante para o desenvolvimento da dentística restauradora uma vez que propõe determinar a influência do plasma de argônio na força de união de duas técnicas adesivas em substratos de esmalte e dentina humanos hígidos e desmineralizados.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Todos os termos foram devidamente apresentados.

Recomendações:

Não se aplica.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Não se aplica.

Considerações Finais a critério do CEP:

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

| Tipo Documento | Arquivo | Postagem | Autor | Situação |
|--|--|------------------------|---------------------|----------|
| Informações Básicas do Projeto | PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_971657.pdf | 27/03/2018 17:33:10 | | Aceito |
| Projeto Detalhado / Brochura Investigador | PROJETO_DOCTORADO.pdf | 27/03/2018 17:32:41 | DANIELA NUNES PINTO | Aceito |
| Folha de Rosto | folha_de_rosto_cep.pdf | 27/03/2018 17:22:48 | DANIELA NUNES PINTO | Aceito |
| Declaração de Pesquisadores | concordancia_cep.pdf | 26/03/2018 22:23:28 | DANIELA NUNES PINTO | Aceito |
| Declaração de Instituição e Infraestrutura | instituicao_cep.pdf | 26/03/2018 20:54:53 | DANIELA NUNES PINTO | Aceito |
| Outros | carta_apreciacao.pdf | 26/03/2018 20:52:46 | DANIELA NUNES PINTO | Aceito |
| Outros | TERMO_DOACAO_DENTES.pdf | 26/03/2018 20:47:15 | DANIELA NUNES PINTO | Aceito |
| TCLE / Termos de Assentimento / | TCLE_DOADOR_DE_SALIVA.pdf | 26/03/2018 20:34:46 | DANIELA NUNES PINTO | Aceito |

Endereço: Rua Cel. Nunes de Melo, 1000

Bairro: Rodolfo Teófilo

UF: CE

Município: FORTALEZA

CEP: 60.430-275

Telefone: (85)3366-8344

E-mail: comepe@ufc.br

UFC - UNIVERSIDADE
FEDERAL DO CEARÁ /



Continuação do Parecer: 2.583.243

| | | | | |
|---------------------------|---------------------------|------------------------|------------------------|--------|
| Justificativa de Ausência | TCLE_DOADOR_DE_SALIVA.pdf | 26/03/2018 20:34:46 | DANIELA NUNES PINTO | Aceito |
| Orçamento | orcamento_final.pdf | 26/03/2018 20:34:05 | DANIELA NUNES PINTO | Aceito |
| Cronograma | cronograma_cep.pdf | 26/03/2018 20:31:55 | DANIELA NUNES PINTO | Aceito |

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

FORTALEZA, 05 de Abril de 2018

Assinado por:
FERNANDO ANTONIO FROTA BEZERRA
(Coordenador)

Endereço: Rua Cel. Nunes de Melo, 1000

Bairro: Rodolfo Teófilo

CEP: 60.430-275

UF: CE

Município: FORTALEZA

Telefone: (85)3366-8344

E-mail: comepe@ufc.br