

Efeito da terapia de plasma de argônio em dentes expostos a hipoclorito de sódio: análise da hidrofilicidade

Effect of argon plasma therapy on teeth exposed to sodium hypochlorite: Analysis of hydrophilicity

Marta Cléa Costa Dantas*

Iris Sol Figueiredo**

Laura Villela Pacheco***

Maíra do Prado****

Renata Antoun Simão*****

Resumo

Objetivo: avaliar a hidrofilicidade da superfície dentinária previamente submetida à solução de hipoclorito de sódio 6% (NaOCl) e tratada com plasma de argônio por meio da análise do ângulo de contato. **Materiais e método:** vinte superfícies planas da câmara pulpar de dentes bovinos foram utilizadas. Quatro grupos foram avaliados ($n=5$): Controle (C) – dentina sem qualquer tratamento; (HA) dentina imersa durante 30 minutos em NaOCl e, posteriormente, condicionada com ácido fosfórico (AF) durante 15 segundos; (HAA30) dentina imersa em NaOCl , condicionada com AF e tratada com plasma de argônio por 30 segundos e (HAA300) dentina imersa em NaOCl , condicionada com AF e tratada com plasma de argônio por 300 segundos. Análise do ângulo de contato foi obtida por meio do perfil de uma gota séssil, empregando goniômetro. Em cada gota de água foram realizadas 20 mensuração por segundo. Os valores de ângulo de contato obtidos foram avaliados estatisticamente, utilizando-se os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ($p < 0,05$). **Resultados:** o tratamento com plasma de argônio por 30 segundos levou a uma redução significativa nos valores de ângulo de contato quando comparado aos demais grupos experimentais. Os grupos plasma de argônio 300s e NaOCl não diferiram estatisticamente entre si, mas mostraram resultados favoráveis em relação ao grupo controle. **Conclusão:** o tratamento com plasma de argônio por um curto período de tempo, 30 segundos, favoreceu a hidrofilicidade da superfície dentinária previamente exposta à NaOCl 6%.

Palavras-chave: Adesão. Dentina. Hipoclorito de sódio. Molhabilidade.

Introdução

Devido à necessidade de se obter um eficiente selamento coronário em dentes tratados endodonticamente, para que seja evitada a contaminação dos condutos radiculares, houve um aumento acentuado na indicação de restaurações em resinas compostas, tão logo se finalize a obturação dos canais radiculares^{1,2}. Estudos têm demonstrado que a solução de hipoclorito de sódio durante o tratamento endodôntico leva a uma degradação da estrutura colágena da dentina em profundidade, assim como à formação de uma camada de oxigênio livre na superfície^{3,4}. Esses dois fatores justificam a menor resistência de união de materiais adesivos em dentes tratados endodonticamente^{5,6}, dentre outros fatores, devido à não conversão polimérica de toda a estrutura monomérica do adesivo e compósito.

O fenômeno da adesão corresponde à atração molecular entre duas estruturas diferentes, por meio do íntimo contato entre essas, por retenção micromecânica que dependerá do pré-tratamento dado à superfície aderente, da qualidade e do potencial do primer e do adesivo em escoarem sobre a superfície do aderente⁷. No caso dos sistemas adesivos utilizados na odontologia restauradora, a retenção micromecânica é considerada o principal mecanismo de adesão, visto que a adesão química dependerá

<http://dx.doi.org/10.5335/rfo.v20i1.4440>

* Doutora – Professora adjunta – Faculdade de Odontologia – Universidade Federal do Rio de Janeiro.

** Aluna de graduação – Faculdade de Odontologia – Universidade Federal do Rio de Janeiro.

*** Aluna de graduação – Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – Universidade Federal do Rio de Janeiro.

**** Doutora – Pesquisadora - Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – Universidade Federal do Rio de Janeiro.

***** Doutora – Professora Associada - Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – Universidade Federal do Rio de Janeiro.

de sua composição e de certos compostos adicionados⁸. Após este molhamento, nesta interface serão geradas forças de travamento mecânico, adsorção, difusão e suas combinações⁷. Dentre os constituintes dos sistemas adesivos, existem monômeros hidrofílicos que, dependendo da superfície dentinária tratada, terá ou não a capacidade de penetrar e se difundir na rede de fibras colágenas, resultante da desmineralização parcial da dentina, por ácido fosfórico, formando uma camada híbrida de colágeno, hidroxiapatita e resina^{7,9}.

A tecnologia do plasma aplicada à Odontologia e, mais especificamente, a Dentística, procura uma forma de aumentar a adesão pela introdução de grupamentos polares e pela criação de uma superfície com maior área disponível para adesão, possivelmente pela introdução de composto químicos, introdução de grupamentos polares, ablação da estrutura da camada mais superficial ou por sputtering dessa superfície¹⁰⁻¹⁴. A avaliação da aplicação de plasma de argônio e as possíveis modificações na estrutura superficial de dentina foram avaliadas e os resultados relacionados a alguns dos princípios para a obtenção de adesão. Foi verificado que a aplicação pelo curto período de 30 segundos, clinicamente viável, foi capaz de aumentar a hidrofilicidade da superfície, por modificação superficial da camada mais externa de fibrilas colágenas e, dessa forma, promoveu-se o aumento da resistência adesiva entre dentina e compósito¹⁰. No entanto, em outro estudo¹⁵, a aplicação de plasma de argônio pelo período de 30 segundos foi capaz de aumentar a hidrofilicidade da superfície de dentina sem qualquer modificação estrutural. Nesse caso, houve impregnação de grupamentos polares contendo oxigênio polarizado com alta capacidade de ligação a outros grupos acessíveis, sem qualquer modificação superficial.

Visando aumentar a capacidade do adesivo de escoar, penetrar nos túbulos dentinários, se fixar ao emaranhado de fibras colágenas presentes na dentina e permitir uma maior retenção micromecânica, o objetivo deste trabalho foi avaliar a hidrofilicidade da superfície dentinária previamente imersa em solução de hipoclorito de sódio 6% (NaOCl) e tratada com plasma de argônio por meio da análise do ângulo de contato.

Materiais e método

Foram utilizados 20 incisivos bovinos que tiveram suas raízes separadas da coroa clínica na região cervical com o auxílio de um disco de corte diamantado (KG Sorensen, São Paulo, SP, Brasil). Em seguida, o bordo incisal foi removido, em cerca de 3 mm, e um corte no sentido mesio-distal foi realizado, a fim de remover a região palatina dos dentes. Por fim, a porção vestibular das coroas foi lixada com lixas d'água de granulações 400, 600 e 1200. Dessa forma, foram obtidas amostras com superfície plana

na forma retangular de aproximadamente 3 mm X 4 mm x 2 mm de espessura, tendo somente dentina exposta, correspondendo àquela da câmara pulpar.

As 20 amostras devidamente cortadas, lixadas e planificadas foram divididas em 4 grupos (n=5). No primeiro grupo, controle (C), as amostras não foram submetidas ao tratamento com NaOCl 6% (Mil Fórmulas, Rio de Janeiro RJ, Brasil); no segundo grupo (HA), as amostras foram tratadas com hipoclorito de sódio e com ácido fosfórico a 37% (Maquia Produtos Odontológicos, Curitiba, PR, Brasil); no terceiro (HAA30) e quarto (HAA300) grupos, após o tratamento inicial (NaOCl/AF), as amostras foram tratadas com plasma de argônio por 30 e 300 segundos, respectivamente.

Para o tratamento inicial com hipoclorito de sódio e ácido fosfórico, as amostras foram imersas em um recipiente, contendo hipoclorito de sódio 6%, em que permaneceram por 30 minutos. Em seguida, foram lavadas com 10 mL água destilada por 60 segundos e secas com papel absorvente. Posteriormente, essas amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 37% gel por 15 segundos, lavadas com 10 mL de água destilada por 60 segundos e secadas com papel absorvente.

O tratamento com plasma de argônio foi realizado empregando uma torre de plasma induutivo sob vácuo a 20 Pa e 60 W de potência, pelos tempos descritos acima. As amostras foram analisadas utilizando-se o goniômetro Ramé Hart (Ramé Hart Instrument Co, Netcong, NJ, EUA), 30 minutos e 24 horas após a aplicação de plasma. Esse aparelho consiste em uma câmera que gera a imagem do perfil da gota sobre a superfície da dentina, aferindo o ângulo formado entre a dentina e o líquido sobre essa, pelo tempo de 20 segundos com intervalo de 1 segundo entre as análises. Cada amostra obteve um total de 20 leituras, permitindo a análise de 100 mensurações por grupo.

A fim de verificar a normalidade dos dados foi aplicado o teste Kolmogorov-Smirnov. Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente pelos testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ($p<0,05$).

Resultados

Os valores de ângulo de contato observados 30 minutos após a aplicação do plasma foram sempre menores que 5°. A Figura 1 mostra a distribuição dos valores de ângulo de contato nos diferentes grupos avaliados após 24 horas. A análise estatística dos dados mostrou uma redução significativa nos valores de ângulo de contato, após o tratamento com plasma de argônio por 30 segundos, quando comparados com os valores obtidos com tratamentos por 300 segundos. Esse último mostrou resultados similares ao grupo hipoclorito de sódio/ácido fosfórico (Tabela 1).

Tabela 1 - Valores dos ângulos de contato dos diferentes grupos experimentais

Grupos analisados	Média	Desvio Padrão	Mediana	Intervalo interquartil
Grupo controle (C)	45,0	5,7	44,05 ^C	13,18
Grupo (HA)	30,8	4,6	33,05 ^B	9,85
Grupo (HAA30)	15,2	1,7	14,50 ^A	3,38
Grupo (HAA300)	31,7	4,3	33,60 ^B	8,75

Medianas seguidas de letras diferentes ^{A,B,C} indicam valores estatisticamente significativos (Mann-Whitney; p < 0,05).

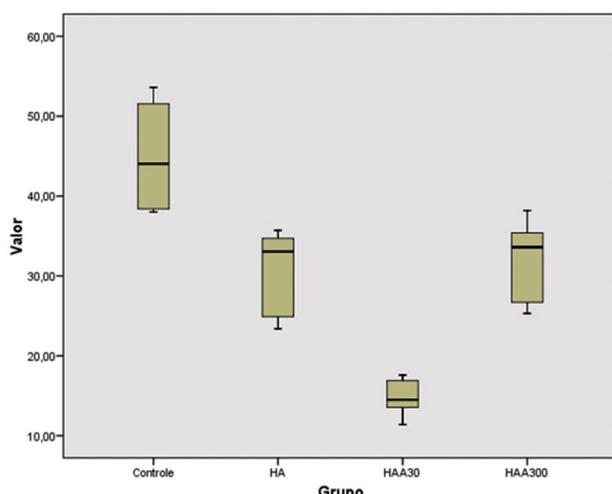


Figura 1 - Distribuição dos valores de ângulo de contato nos diferentes grupos avaliados.

Discussão

Devido ao efeito deletério do hipoclorito de sódio na resistência de união dos materiais adesivos pela formação de uma camada de oxigênio livre que inibe a polimerização de materiais resinosos, estudos são realizados empregando diferentes substâncias, a fim de reverter tal efeito^{16,17}. No presente estudo, a tecnologia de plasma de Argônio foi utilizada visando aumentar a capacidade do adesivo de escoar, penetrar nos túbulos dentinários, se fixar ao emaranhado de fibras colágenas presentes na dentina e permitir uma maior retenção micromecânica.

Neste trabalho, foi empregado dente bovino, devido às semelhanças apresentadas em relação à histologia ao dente humano e também por conta da maior superfície radicular conseguida, facilitando, assim, a análise¹⁸. Após a clivagem, os dentes foram lixados com lixas d'água de granulações 400, 600 e 1200, a fim de confeccionar uma smear layer padronizada^{19,20}.

Para o tratamento inicial com o hipoclorito de sódio 6%, as amostras foram imersas na solução por 30 minutos, simulando o tempo de contato com o dente durante o tratamento endodôntico. A concentração escolhida de NaOCl 6% foi baseada em estudos recentes^{21,22} que utilizam soluções mais concentradas, devido ao fato de que, com a utilização de

técnicas mecanizadas, o tempo do preparo mecânico tornou-se cada vez menor.

O tratamento de plasma de baixa temperatura consiste na excitação de gases que se tornam parcialmente ionizados contendo dessa forma, partículas reativas incluindo átomos eletronicamente excitados, moléculas, íons e radicais livres. Os elétrons livres ganham energia com base em um campo de indução elétrica que, dessa forma, colidem com moléculas de gás, em estado neutro transferindo energia. As colisões e a transferência de energia interagem com a superfície submetida ao feixe de plasma. Esse fenômeno modifica a estrutura molecular dessa superfície, em uma escala nanométrica, provendo as modificações desejadas nas propriedades superficiais de forma controlada²³⁻²⁵. Dependendo da química do gás empregado ou da combinação de gases empregada, os radicais excitados formados podem limpar, condicionar a superfície ou reagir com a superfície formando novos compostos mais energizados^{25,26}. A aplicação de plasma na engenharia, tanto para aumento da hidrofilicidade, para aumento das propriedades adesivas ou para o aumento da hidrofobicidade já é reconhecido no meio acadêmico²⁷⁻³¹. Na área das ciências biológicas seu uso vem ampliando sua aplicação na desinfecção de condutos radiculares²⁸ e no aumento da resistência adesiva entre materiais compósitos^{10,15}, tratamento da superfície de implantes e recobrimento de superfícies²⁵. Em relação ao gás escolhido, mesmo não possuindo um alto poder energético, capaz de formação de espécies altamente energizadas e ionizadas, quando comparado com outras composições de plasmas, o gás argônio é um gás inerte capaz de limpar, formar elétrons energizados que poderiam promover uma efetiva modificação estrutural com mínimo ou nenhum dano superficial verificado a microscopia eletrônica¹⁵.

A molhabilidade pode ser definida como a capacidade do líquido molhar um sólido, e pode ser exemplificada como uma gota de líquido em repouso sobre uma superfície sólida sobre a qual, o líquido, pode ou não se espalhar. A água sendo um líquido polar tende a se espalhar sobre uma superfície com alta energia superficial e a formar uma gota em áreas com baixa energia. Uma maneira de quantificar esse comportamento é a análise do ângulo de contato de uma gota séssil, descrita pelo ângulo da seção da gota de um material líquido sobre uma superfície em equilíbrio^{25,27,29,31}.

De acordo com os resultados do presente trabalho, na análise, após 30 minutos, as amostras com aplicação de plasma no tempo de 30 segundos apresentaram ângulo de contato menor que 5 graus, caracterizando, possivelmente, o fenômeno de superhidrofilia, forçando a análise para 24 horas³², para que fosse comparativa. Nas análises de 24 horas os valores de ângulo de contato no tratamento de plasma de 30 segundos apresentaram uma diminuição significativa em comparação ao grupo de 300 segundos. A exposição prolongada ao plasma de argônio, por 300 segundos, é clinicamente inviável. Além disso, pode ter levado a uma modificação química na superfície e a uma maior perda de água já que o sputtering ou tratamento com plasma prolongado, além de diminuir a capacidade de polarização e tornar a superfície menos propensa à ligação com grupos polares da água, acarretou em um aumento do ângulo de contato^{14,15}. Adicionalmente, quando empregado por um curto período de tempo, foi demonstrado que a aplicação de plasma seria capaz de, momentaneamente, impossibilitar a ligação entre as fibras colágenas entre si, permitindo que essas se tornem mais suscetíveis à ligação com outros componentes, como os adesivos dentinários^{14,23}.

O presente estudo mostrou que o tratamento com plasma de argônio favoreceu a superhidrofilicidade da superfície dentinária. Para fins comparativos, visto que, após 30 minutos, não foi possível determinar com precisão os valores de ângulo de contato, devido ao rápido escoamento do líquido na superfície dentinária, uma análise foi realizada após 24 horas. Nesse último período, devido à perda parcial de efetividade do plasma, foi possível comparar os dois tempos experimentais e observar que, quando o tratamento foi realizado durante um curto período de tempo, 30 segundos, mostrou-se mais efetivo.

Conclusão

Dentro dos limites deste estudo, conclui-se que a aplicação de plasma de argônio, por 30 segundos, leva à redução significativa nos valores de ângulo de contato com água destilada, favorecendo as características de hidrofilicidade da superfície dentinária previamente exposta a NaOCl 6%, quando comparado ao plasma por 300 segundos. O efeito do tratamento com plasma é perdido com o tempo. Dessa forma, é importante a imediata restauração após esse tratamento. Novos estudos são necessários, a fim de complementar a hipótese de que a diminuição do ângulo de contato se relaciona com o aumento da resistência adesiva.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Faperj, Capes e CNPq pelo apoio financeiro.

Abstract

Objective: to assess the hydrophilicity of dentin surface previously immersed in 6% sodium hypochlorite (NaOCl) solution and treated with argon plasma by contact angle analysis. Materials and method: twenty flat surfaces of pulp chamber of bovine teeth were used. Four groups were assessed (n=5): Control (C) - dentin without treatment; (HA) dentin immersed in NaOCl for 30 minutes and then etched with phosphoric acid (PA) for 15 seconds; (HAA30) dentin immersed in NaOCl, etched with PA, and treated with argon plasma for 30 seconds; and (HAA300) dentin immersed in NaOCl, etched with PA, and treated with argon plasma for 300 seconds. Analysis of contact angle was obtained by a sessile drop profile using a goniometer. In each drop of water, 20 measurements were carried out per second. The values of contact angle were statistically evaluated using the Kruskal-Wallis and Mann-Whitney tests (p < 0.05). Results: treatment with argon plasma for 30 seconds led to a significant reduction in the contact angle values when compared to the other experimental groups. The 300s argon plasma group and NaOCl did not statistically differ, but showed favorable results compared to the control group. Conclusion: treatment with argon plasma for a short term period, 30 seconds, favored the hydrophilicity of dentin surface previously exposed to 6% NaOCl.

Keywords: Adhesion. Dentin. Sodium hypochlorite. Wettability.

Referências

- Baratieri LN. Abordagem restauradora de dentes tratados endodonticamente- pinos/núcleos e restaurações unitárias. In: _____. Odontologia Restauradora. São Paulo: Santos; 2001. p. 619-671.
- Clavijo EMA, Clavijo VGR, Itikawa GN, Ferraz CCR. Blindegem dental pós tratamento endodôntico com pinos de fibra de vidro. In: Callegari A, Chediek W (Org.). Beleza do Sorriso. São Paulo: Napoleão; 2014. p. 65. v. 2.
- Moreira DM, Almeida JF, Ferraz CC, Gomes BP, Line SR, Zaia AA. Structural analysis of bovine root dentin after use of different endodontics auxiliary chemical substances. J Endod 2009;35:1023-7.
- Yiu CK, Garcia-Godoy F, Tay FR. A nanoleakage perspective on bonding to oxidized dentin. J Dent Res 2002;81:628-32.
- Ozturk B, Özer F. Effect of NaOCl on bond strengths of bonding agents to pulp chamber lateral walls. J Endod 2004;30:362-5.
- Prado M, Simão RA. Surface analysis techniques for root canal filling adhesion studies In: McFarland A, Akins M. Recent Advances in Adhesions Research. New York: Novinka; 2013. p. 1-26.
- Terry DA, Geller W, Bichacho N, James A, Blatz MB, Baratiere LN, et al. Mecanismos de adesão. In: _____. Odontologia estética e restauradora: Seleção de materiais e técnicas. 2. ed. São Paulo: Quintessense; 2014. p. 406-11.
- Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. J Dent 2006;34:77-85.

9. Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent* 1991;3:133-8.
10. Ritts AC, Li H, Yu Q, Xu C, Yao X, Hong L, et al. Dentin surface treatment using a non-thermal argon plasma brush for interfacial bonding improvement in composite restoration. *Eur J Oral Sci* 2010;118:510-6.
11. Koishi T, Yasuoka K, Fujikawa S, Ebisuzaki T, Zeng XC. Co-existence and transition between Cassie and Wenzel state on pillared hydrophobic surface. *Proc Natl Acad Sci USA* 2009;26:106-21.
12. Miller TE, Barrick JA. Pediatric trauma and polyethylene reinforced composite fixed partial denture replacements. A new method, *J Can Dent Ass* 1993;59:252-6.
13. Zhang H, Fang J, Hu Z, Ma J, Han Y, Bian J. Effect of oxygen plasma treatment on the bonding of a soft liner to an acrylic resin denture material. *Dent Mater J* 2010;29:398-402.
14. Gao S, Zeng Y. Surface modification of ultrahigh molecular weight polyethylene fiber by plasma treatment II – mechanism of surface, *J Appl Polymer Science* 1993;77:2093-101.
15. Chen M, Zhang Y, Driver MS, Caruso AN, Yu Q, Wang Y. Surface modification of several dental substrates by non-thermal, atmospheric plasma brush. *Dent Mater J* 2013;29:871-80.
16. Cecchin D, Almeida JF de, Gomes BP, Zaia AA, Ferraz CC. Effect of chlorhexidine and ethanol on the durability of the adhesion of the fiber post relined with resin composite to the root canal. *J Endod* 2011;37:678-83.
17. Prasansuttiporn T, Nakajima M, Kunawarote S, Foxton RM, Tagami J. Effect of reducing agents on bond strength to Na-OCl-treated dentin. *Dent Mat* 2011;27:229-34.
18. Laurance-Young P, Bozec L, Gracia L, Rees G, Lippert F, Lynch RJ, et al. A review of the structure of human and bovine dental hard tissues and their physicochemical behaviour in relation to erosive challenge and remineralisation. *J Dent* 2011;39:266-72.
19. Hegde MN, Manjunath J. Bond strength of newer dentin bonding agents in different clinical situations. *Oper Dent* 2011;36:169-76.
20. Sarr M, Kane AW, Vreven J, Mine A, Van Landuyt KL, Peumans M, et al. Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Oper Dent* 2010;35:94-104.
21. Hamama HH, Yiu CK, Burrow MF. Viability of Intratubular Bacteria after Chemomechanical Caries Removal. *J Endod* 2014;40(12):1972-6.
22. Saraiva LO, Aguiar TR, Costa L, Correr-Sobrinho L, Muniz L, Mathias P. Effect of different adhesion strategies on fiber post cementation: Push-out test and scanning electron microscopy analysis. *Contemp Clin Dent* 2013;4:443-7.
23. Kaplan R. Plasma surface treatment of plastic to enhance adhesion. *Int J Adhesion and adhesive* 1991;11:109-13.
24. Lai J, Sunderland B, Xue J, Yan S, Zhao W, Folkard M, et al. Study on hydrophilicity of polymer surfaces improved by plasma treatment. *Appl Surf Sci* 2006;252:3375-9.
25. Cha S, Park YS. Plasma in Dentistry. *Clin Plasma Med* 2014;2:4-10.
26. Chung CJ, Su RT, Chu HJ, Chen HT, Tsou HK, He JL. Plasma electrolytic oxidation of titanium and improvement in osseointegration. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2013;101:1023-30.
27. Barankin MD, Gonzalez E, Habib SB, Gao L, Guschl PC, Hicks RF. Hydrophobic films by atmospheric plasma curing of spun-on liquid precursors. *Langmuir* 2009;25:2495-500.
28. Pan J, Sun K, Liang Y, Sun P, Yang X, Wang J, et al. Cold Plasma Therapy of a Tooth Root Canal Infected with *Enterococcus faecalis* Biofilms In Vitro. *J Endod* 2013;39:105-10.
29. Barni R, Esena P, Riccardi C. Chemical kinetics simulations of an atmospheric pressure plasma device in air. *Surface and Coatings Technology* 2005;200:924-92.
30. Albuquerque MDF, Santos J, Perdone RRT, Simão RA. Effect of self-bias voltage on the wettability, chemical functionality and nanomechanical properties of hexamethyldisiloxane films. *Thin Solid Films* 2014;564:73-8.
31. Liu D, Chen P, Chen M, Liu Z. Surface modification of high performance PBO fibers using radio frequency argon plasma. *Surface & Coatings Technology* 2012;206:3534-41.
32. Ozden N, Akaltan F, Suzer S, Akovali G. Time-related wettability characteristic of acrylic resin surfaces treated by glow discharge. *J Prosthet Dent* 1999;82:680-4.

Endereço para correspondência:

Maíra do Prado
 Cidade Universitária
 Centro de Tecnologia – Bloco F, sala F-211
 Ilha do Fundão Caixa Postal 68505
 21941-972 – Rio de Janeiro, RJ
 Telefone: (21) 3938-8526 / (21) 3938-8527
 Email: maira@metalmat.ufrj.br

Recebido: 25/10/2014. Aceito: 15/04/2015.