

**UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO**

**Gabrielle De Carli da Silva**

**EFEITO DO EXTRATO DE SEMENTE DE  
UVA NA ADESÃO DE PINOS DE FIBRA DE  
VIDRO À DENTINA RADICULAR**

Passo Fundo

2015

**Gabrielle De Carli da Silva**

**EFEITO DO EXTRATO DE SEMENTE DE  
UVA NA ADESÃO DE PINOS DE FIBRA DE  
VIDRO À DENTINA RADICULAR**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da UPF, para obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob orientação da prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>.Ana Paula Farina e coorientação do prof. Dr. Douglas Cecchin

Passo Fundo

2015

Folha reservada para  
Ata de aprovação da Banca Examinadora

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a.  
Após, faça a substituição pela Ata de aprovação fornecida pela  
Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

Folha reservada para  
Ficha catalográfica

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a.  
Após, faça a substituição pela Ficha Catalográfica fornecida pela  
Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

## **BIOGRAFIA DO AUTOR**

Gabrielle De Carli da Silva, nascida em Palmeira das Missões no dia 26 de maio de 1985. Fez sua graduação na Universidade Federal de Pelotas (UFPel) na qual se formou em fevereiro de 2010. Durante a graduação realizou projetos de extensão em diversas áreas. Depois de formada, no mesmo ano, deu início a dois cursos de aperfeiçoamento (Dentística e Cirurgia Oral Menor), já no ano de 2011 iniciou curso de aperfeiçoamento em Endodontia e em seguida Especialização em Endodontia a qual concluiu em outubro de 2013, ainda em 2013 deu início ao Mestrado em Clínica Odontológica nesta instituição. Realizou atividades profissionais junto à prefeitura municipal de Palmeira das Missões nos anos de 2010 e 2011, e ao Sindilojas de Palmeira das Missões no ano de 2012, sempre atuando paralelamente em seu consultório particular inaugurado em dezembro de 2010. No ano de 2013 atuou como docente no 1º Curso Técnico em Saúde Bucal do estado do Rio Grande do Sul em escola pública. Atualmente se dedica exclusivamente ao consultório odontológico como Endodontista.

## OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS

Aos meus pais Francisco e Solange pelo apoio incansável, amor incondicional e exemplo de vida, sem vocês nada seria possível. Obrigada por estarem comigo em todos momentos da minha vida. Amo vocês!

Ao meu avô Maximo De Carli (*in memoriam*), pelo apoio em todos os momentos, pela pessoa generosa e humana que foi nesta vida! Sei que se estivesse ainda entre nós estaria cheio de orgulho, onde estiver, vô , meu muito obrigado.

À minha avó Graciosa De Carli pelo amor, apoio, incentivo e presença em minha vida. Obrigada por estar comigo desde o início desta caminhada. Te amo!

Ao meu irmão Gabriel que mesmo no outro lado do mundo contribuiu com suas traduções, amor, carinho e preocupação. Te amo!

Ao meu namorado Diogo pelo apoio, ajuda, disponibilidade, compreensão, carinho, paciência e amor! Obrigada! Amo você!

Aos meus pacientes por entenderem a minha ausência.

A todo corpo docente do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da UPF pelo aprendizado ao longo destes dois anos.

À Prof(a) Dra. Márcia Borba pela disponibilidade em me ajudar em todos os momentos que precisei. Muito obrigada, serei eternamente grata!

Ao Prof. Ms. Yuri Dal Bello pela ajuda e disponibilidade.

À Prof(a) Dra. Paula Benetti pela ajuda e disponibilidade.

À Prof(a) Dra. Ana Paula Farina pela orientação, ajuda e ensinamentos passados. Muito Obrigada!

Ao Prof. Dr. Doglas Cecchin pela coorientação, ajuda e ensinamentos passados. Muito obrigada!

À Prof(a) Dileta Cecchetti pela análise estatística.

À querida Fabi, sempre muito dedicada e disposta a nos ajudar em todos os momentos.

Aos meus colegas de mestrado, pela amizade, companheirismo e respeito ao longo destes dois anos, estarão eternamente em meu coração!

Às minhas queridas amigas e colegas Flávia e Potira que além de dividirem a sala de aula, dividiram comigo experiências de vida e boas risadas no nosso “ap”.

À todos funcionários da UPF que me ajudaram de alguma maneira nestes dois anos. Obrigada!

À CAPES e UPF pelo custeio integral do curso do mestrado. Imensamente agradecida!

À Deus, por estar comigo sempre, me guiando nesses vários quilômetros rodados para conclusão do mestrado!!

## SUMÁRIO

BIOGRAFIA DO AUTOR .....	5
OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS .....	6
SUMÁRIO .....	8
LISTA DE TABELAS.....	11
LISTA DE FIGURAS .....	12
LISTA DE ABREVIATURAS .....	13
1. INTRODUÇÃO .....	17
2. REVISÃO DE LITERATURA .....	20
2.1 Uso de PA como pré-tratamento de dentina .....	20
2.2 Uso de cimentos autoadesivos na cimentação de pinos de fibra de vidro .....	22
2.3 Teste de push-out.....	25
3. PROPOSIÇÃO .....	28
3.1. Objetivo Geral .....	28
3.2. Objetivos específicos .....	28
3.3. Hipótese 1.....	28
3.4. Hipótese 2.....	28
4. MATERIAIS E MÉTODOS .....	29
4.1 Considerações éticas .....	29

4.2 Seleção e preparo dos dentes .....	29
4.3 Divisão dos grupos experimentais.....	31
4.4. Tratamento da superfície dentinária .....	32
4.5 Cimentação do retentor intrarradicular.....	33
5. RESULTADOS .....	39
5.1 Grupos Mediatos x Grupos Imediatos.....	39
5.2 Terço cervical x médio x apical.....	40
5.3 Concentração x tempo de aplicação do GSE .....	40
5.4 Análise do Padrão de Fratura.....	41
6. DISCUSSÃO .....	42
7. CONCLUSÕES .....	48
CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	49
REFERÊNCIAS.....	50
APÊNDICES .....	58
ARTIGO .....	61

## LISTA DE GRÁFICOS

**Gráfico 1-** Distribuição do modos de falha nos grupos experimentais. Grupos Imediatos (24h) e Mediatos (12m) ..... 41

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1-</b> Divisão dos grupos em estudo.....	32
<b>Tabela 2-</b> ANOVA Grupo Imediato.....	39
<b>Tabela 3-</b> ANOVA Grupo Mediato .....	39
<b>Tabela 4-</b> Média (Mpa) e desvio-padrão por terços dos grupos imediatos e mediatos.....	40

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1-</b> Obtenção das raízes.....	30
<b>Figura 2-</b> Preparo das amostras.....	31
<b>Figura 3-</b> Tratamento de superfície .....	33
<b>Figura 4-</b> Preparo do pino .....	34
<b>Figura 5-</b> Adesivo Scotchbond Multipurpose .....	34
<b>Figura 6-</b> Cimentação do pino.....	35
<b>Figura 7-</b> Preparo dos discos.....	36
<b>Figura 8-</b> Teste de Push-Out. ....	37
<b>Figura 9-</b> Microscópio Óptico.....	38

## LISTA DE ABREVIATURAS

A	Área adesiva
ANOVA	Análise de variância
F	Força
GSE	Extrato de semente de uva
GA	Glutaraldeído
GE	Genipin
h	Hora
PA	Proantocianidina
MMP	Metaloproteinase
m	meses
mm	Milímetro

min	Minuto
Mh	Ampulheta
Mpa	Média
Mpo	Micro <i>push out</i> teste
Ms	Teste de micro-tração
NaF	Fluoreto de Sódio

## RESUMO

Dentes tratados endodonticamente podem apresentar grande perda de estrutura dental. Em alguns casos há necessidade da utilização de pinos intrarradiculares para retenção da restauração coronária. Cimentos resinosos são frequentemente utilizados para unir o pino de fibra de vidro às paredes do canal radicular, porém a degradação da camada híbrida pode desencadear falhas nessa união. Dessa maneira, o presente estudo teve como objetivo investigar a resistência de união de pinos de fibra de vidro cimentados com cimento resinoso autoadesivo após o pré-tratamento da dentina radicular com extrato de semente de uva (GSE) em diferentes tempos e concentrações. Foram utilizados 84 dentes unirradiculares humanos, sendo realizado o pré-tratamento da dentina com GSE à 6,5% e 10% em diferentes tempos de aplicação: 30s, 60s, 120s. Pinos de fibra de vidro foram cimentados com cimento auto-adesivo RelyX U200. As raízes foram seccionadas em 6 fatias de aproximadamente 1mm, obtendo-se 2 fatias de cada terço (cervical, médio e apical). As amostras foram submetidas ao teste de resistência por extrusão (*push-out*) em Máquina de Ensaio Universal a uma velocidade de 1 mm/min até o momento da fratura. Em metade das amostras os testes de resistência de união foram realizados após 24 horas de armazenamento (grupos imediatos) e na outra metade após 12 meses de armazenamento (grupos mediatos). Os valores de resistência de união foram analisados estatisticamente pelos testes ANOVA. Os resultados mostraram que não houve diferença estatística significativa entre os grupos mediatos e imediatos nos diferentes tempos e concentrações analisados de aplicação do GSE ( $p > 0,05$ ). Pode-se concluir que o GSE não alterou os valores de resistência de união de pinos à dentina radicular.

Palavras-chave: Extrato de semente de uva, pinos de fibra de vidro, *push-out*

## ABSTRACT<sup>1</sup>

Abstract: Endodontically treated teeth can present a great loss of dental structure. In some times, it is necessary to use an intraradicular dental post to retain the coronal restoration. Resin cements are frequently used to bond fiber glass posts into the root canals, however the hybrid layer degradation can lead to bond failures overtime. In this way, the aim in this study was investigate the bond strength of fiber glass post cemented with self-adhesive resin cement after pre-treatment of root canal with grape seeds extract (GSE) in different times and concentrations. Eighty-four maxillary canines were used (n=6). Dentin was pre-treated with 6.5% or 10% GSE for 30s, 60s, or 120s. No pre-treatment was done in the control group. Fiber glass posts were cemented with RelyX U200. The root canals were sectioned into 6 slices of 1mm thickness approximately, obtaining 2 samples from each third (cervical, medium and apical). The specimens were submitted to a push-out test in a Universal Testing Machine at 1mm/min until failure. Bond strength was calculated and expressed in MPa. In half of the samples the bond strength test was performed after 24 hours (immediate group) and the other half, after 12 months storage in distilled water (mediate group). The bond strength values were statically analyzed by ANOVA test. No significant difference was detected between the different application times and concentrations used for the pre-treatment ( $p>0.05$ ). GSE extract did not change the bond strength in all groups analyzed.

Key-words: Grape seed extract, fiber glass post, push out

---

<sup>1</sup> Effect of grape seed extract on pins accession to glass fiber dentin root

## 1. INTRODUÇÃO

Com a perda de estrutura coronária devido à cárie, traumas, restaurações mal sucedidas ou inadequada remoção de estrutura dental durante o tratamento endodôntico (FREEDMAN, 1996) podem ocorrer fragilização e consequentemente risco de fraturas dentais (DURET *et al.*, 1990). Nesses casos, torna-se necessária a utilização de pinos intrarradiculares a fim de reter a porção coronária da restauração (FOX *et al.*, 2007). Durante muitos anos os núcleos metálicos fundidos foram amplamente utilizados (SMITH *et al.*, 1998). No entanto, eles apresentam algumas desvantagens como alto módulo de elasticidade que predispõe à fraturas radiculares (SANTOS-FILHO *et al.*, 2008), possibilidade de corrosão e estética reduzida (LASSILA *et al.*, 2004) limitando assim a sua utilização.

Os pinos de fibra de vidro representam um grande avanço na odontologia, especialmente no que diz respeito às propriedades mecânicas como alta resistência à flexão e módulo de elasticidade semelhante ao da dentina, minimizando a transmissão de tensões à raiz e, consequentemente, reduzindo a possibilidade de falhas não recuperáveis do remanescente dental (BARCELLOS *et al.*, 2013). Além disso, podem oferecer melhores resultados estéticos (ALTUN e GUVEN, 2008) se comparados a núcleos metálicos fundidos.

Pinos de fibra de vidro são utilizados juntamente com cimentos resinosos na união entre pino e dentina radicular (CECCHIN *et al.*, 2011). Os cimentos resinosos autoadesivos simplificam a técnica de cimentação pois dispensam a necessidade de realizar o condicionamento ácido e aplicação do sistema adesivo, reduzindo o tempo clínico (3M ESPE, 2014). É um cimento dual, sua adesão se dá através de uma retenção micromecânica e a interação química entre grupos ácidos monoméricos e a hidroxiapatita (ACAR *et al.*, 2014). Esta união, no entanto, pode sofrer alterações ao longo do tempo através da degradação da camada híbrida, reduzindo sua resistência de união à dentina (TJÄDERHANE *et al.*, 2013).

Sabe-se que a dentina é formada por 50% mineral, 20% água e 30% de matéria orgânica (MARSHALL, 1993), sendo essa, formada por 90% de colágeno tipo I (BEDRAN-RUSSO *et al.*, 2011). O colágeno é resistente à maioria das enzimas com exceção das colagenases, as quais pertencem o grupo das metaloproteinases (MMPS) e Cisteína-Catepsina, enzimas responsáveis por danos químicos na estrutura do colágeno (MONTGNER *et al.*, 2014). A presença de água (TJÄDERHANE *et al.*, 2013), danos mecânicos provocados por forças oclusais (CECCHIN *et al.*, 2011\*) e a degradação do cimento (BALDEA *et al.*, 2013) também são fatores responsáveis por tal degradação. Dessa maneira, o pré-tratamento da dentina vem sendo estudado como uma forma de reduzir a degradação das fibrilas colágenas, pois através das ligações cruzadas formam uma rede de fibrilas colágenas com maior densidade, dificultando a sorção de água e conseqüentemente influenciando processos como a hidrólise (Ciardelli *et al.*, 1992) evitando a degradação da camada híbrida (XIE *et al.*, 2008). Para isso, o extrato de semente de

uva (GSE), composto de aproximadamente 90% de proantocianidinas (PAs), tem mostrado bons resultados na redução dessa degradação (AL-AMMAR *et al.*, 2009), reduzindo o potencial destrutivo das metaloproteinases (KALRA *et al.*, 2013).

As PAs são estruturas fenólicas (KALRA *et al.*, 2013) encontradas em frutas, legumes, nozes e sementes, compostas por monômeros, polímeros e catequinas, estes compostos não são tóxicos (LIU *et al.*, 2013) e ajudam reduzir as taxas de biodegradação do colágeno (CASTELLAN *et al.*, 2010). Seu mecanismo de ação consiste na capacidade de se ligar a proteínas ricas em prolina, tais como o colágeno, facilitando a hidroxilase que é essencial para a biossíntese de colágeno (CASTELLAN *et al.*, 2013) e a conversão de colágeno solúvel em insolúvel (XIE *et al.*, 2008), esta interação entre PA e proteínas é explicada por quatro diferentes mecanismos: ligações covalentes, interações iônicas, pontes de hidrogênio e interações hidrófobas (KALRA *et al.*, 2013). Além disso as PAs possuem propriedades antioxidantes potentes que inibem a degradação do colágeno, reduzindo o potencial destrutivo das MMPs, e consequentemente evitando a degradação a longo prazo (KALRA *et al.*, 2013).

Sendo assim, este estudo propôs avaliar o efeito do pré-tratamento da dentina com GSE na resistência de união e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro utilizando cimento autoadesivo.

## 2. REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Uso de PA como pré-tratamento de dentina

Walter *et al.* (2007) avaliaram os efeitos da modificação do colágeno da dentina induzida por 3 agentes de ligação cruzada, sobre a estabilidade da matriz de colágeno e inibição da cárie radicular. Os autores utilizaram 12 terceiros molares recém-extraídos. Foi realizado o pré-tratamento da dentina com PA, glutaraldeído (GA) e genipin (GE). Os autores relatam que o GA é capaz de prevenir a desmineralização da dentina, no entanto, é tóxico. Já a PA e GE tem sido utilizados para tratar uma variedade de tecidos e, além de não serem tóxicos, aumentam a resistência à degradação enzimática. Os autores concluíram que as cáries radiculares foram significativamente inibidas quando utilizado PA e GA. Além disso, o tratamento com PA mostrou maior prevenção na formação da lesão de cárie, indicando o seu uso potencial como um reagente anti-cárie. A biocompatibilidade do PA permitiu que tais compostos fossem utilizados *in vivo*, o que não é possível no caso de GA.

Xie *et al.* (2008) em seu estudo avaliaram a efetividade do GSE na remineralização de cáries radiculares. Foram utilizados 25 terceiros molares extraídos, os quais sofreram processo de desmineralização para formação da lesão de cárie e após, foram divididos em três grupos de

tratamento: GSE 6,5%, 1000 ppm fluoreto de sódio (NaF) e um grupo (sem tratamento). As amostras foram desmineralizadas por meio de tampão de ácido e tampão neutro durante 8 dias, sendo realizados seis ciclos diários. O GSE utilizado neste estudo consistiu de 97,8% PA que são potentes antioxidantes conhecidos por possuírem vasodilatação, ser anticancerígenos, anti-inflamatórios e antibacterianos. Dessa maneira, os autores concluíram que o GSE afeta positivamente o processo de desmineralização/remineralização de lesões de cárie de raiz, pois induzem a formação de ligações cruzadas podendo ser um agente natural promissor para tratamentos não invasivos de cárie radicular.

Al-Ammar *et al.* (2009) investigaram o efeito de 3 agentes de ligação cruzada na resistência de união à dentina. Foram utilizados para este estudo 64 molares humanos. Após a remoção da porção oclusal e exposição da dentina foi realizado o ataque ácido. Os grupos foram divididos, aleatoriamente, de acordo com o pré-tratamento de superfície utilizado: GSE 6,5%, GE 0,5% e GA 5%. Em seguida foi realizada a restauração com resina composta. Os dentes foram seccionados após 24 horas e a resistência de união foi avaliada. Os autores concluíram que a modificação química da matriz de dentina promovida pelo GA e GSE, resultou no aumento da resistência de união. A aplicação de agentes indutores de ligação cruzada de colágeno, durante os procedimentos restauradores adesivos, pode ser uma nova abordagem clínica para melhorar a resistência de união à dentina.

Liu *et al.* (2012) investigaram se a aplicação de PA, um composto natural polifenólico não tóxico, pode contribuir na estabilização do colágeno. Os autores realizaram pré-tratamento de dentina com PA 3,75% nos seguintes tempos: 10s, 1min, 30min, 60min, 120min, 360min,

720min e concluíram que o PA pode ser efetivo na indução de ligações cruzadas de colágeno e melhorar a sua estabilidade biológica em períodos tão curtos como 10s, relatam ainda que utilização da PA é clinicamente viável e é uma abordagem promissora para a melhoria da durabilidade dos sistemas adesivos dentinários atuais.

Broyles *et al.* (2013) em seu estudo avaliaram a modificação da superfície da dentina como forma de melhorar a resistência adesiva de cimentos resinosos à dentina. Foram realizados os seguintes tratamentos de superfície: GSE 6,5%, GA 5%, ácido poliacrílico 25% e um grupo controle onde não foi realizado nenhum tratamento. Cilindros de resina composta (técnica indireta) foram cimentadas aos dentes com RelyX Unicem e G-Cem após o tratamento de superfície. A utilização de ácido poliacrílico na dentina antes da cimentação com RelyX Unicem resultou em aumento na resistência adesiva em comparação com o grupo controle. O ácido poliacrílico ou GA resultou em aumento na resistência adesiva de G-Cem à dentina quando comparado ao grupo controle. O tratamento com GSE não resultou em aumento significativo da resistência adesiva para qualquer cimento. Os autores concluíram que tratamento de superfície antes da utilização do cimento resinoso pode melhorar a resistência adesiva.

## **2.2 Uso de cimentos autoadesivos na cimentação de pinos de fibra de vidro**

Farina *et al.* (2010) avaliaram a resistência de união de pinos de fibra de vidro e pinos de fibra de carbono, nos diferentes terços do canal radicular, cimentados com dois diferentes cimentos. Os cimentos

utilizados foram RelyX Unicem (autoadesivo) e Cement Post (autopolimerizável). Quarenta caninos superiores foram divididos em quatro grupos de acordo com o cimento e pino utilizados. Os autores concluíram que os pinos de fibra de vidro cimentados com cimento autoadesivo RelyX Unicem apresentaram maiores valores para resistência de união em todos os terços radiculares analisados, as possíveis razões para isso é que este tipo de cimento apresenta um tempo de presa controlado mais facilmente devido ao componente fotoativado, diferentemente do que acontece nos cimentos resinosos autoativados que polimerizam rapidamente dentro do canal.

Além disso, o cimento autoadesivo apresenta duas formas de reação de presa: a polimerização via radicais livres que é iniciada a partir da fotoativação e também uma reação ácido-base entre íons metálicos das partículas vítreas e o radical fosfato do metacrilato gerado pela água produzida durante a reação de neutralização do monômero fosfatado. Esta interação ocorre a partir da ionização do ácido fosfórico metacrilato durante a mistura dos monômeros. A ionização é produzida pela água formada durante a quebra da molécula de hidróxido de cálcio, presente na composição do material, liberando o radical hidroxila (OH), durante a reação do cimento pela presença do componente ácido do monômero, ou mesmo pela água da dentina em situações *in vivo*. Nestas condições, há liberação do grupo fosfato para reagir com o cálcio do dente e com os íons metálicos das partículas de flúor-alumínio-silicato, não silanizadas, para formar uma união química primária com a estrutura dental, semelhante ao que ocorre com os cimentos de ionômero de vidro (YOSHIDA *et al.*, 2000; GERTH *et al.*, 2006).

Farina *et al.* (2011) avaliaram a resistência de união dos pinos de fibra de vidro e pinos de fibra de carbono às paredes do canal radicular utilizando dois diferentes cimentos: RelyX Unicem e Cement Post. Para este estudo foram utilizados 40 caninos superiores que foram divididos em grupos de acordo com o cimento e o pino utilizado. Os autores concluíram que os valores de resistência de união foram significativamente afetadas pelo tipo de pino e de cimento utilizado e os maiores valores de resistência de união foram encontrados para os pinos de fibra de vidro e RelyX Unicem. Pereira *et al.* (2013) compararam os cimentos duais e autoadesivos em relação à resistência de união (*push-out*) de pinos de fibra de vidro. Foram utilizados para este estudo 80 caninos superiores, que foram divididos aleatoriamente nos seguintes grupos: RelyX ACR, RelyX U100, Ketac Cem, Bis Cem e Variolink II. Após a cimentação, os dentes foram armazenados por 7 dias e, em seguida, seccionados para obtenção das fatias que serviram para realização do teste de *push out*. Os autores concluíram que cimentos autoadesivos tem maior resistência de união se comparados aos cimentos duais.

Aleisa *et al.* (2013) relatam que pinos de fibra de vidro podem falhar devido à perda de retenção. Dessa forma, os autores investigaram a resistência à tração destes pinos. Foram utilizados 96 pré-molares inferiores, obturados e preparados protéticamente para cimentação do pino. Os espécimes foram divididos em seis grupos, de acordo com o agente de cimentação utilizado: Variolink II; RelyX AR, Multilink, RelyX Unicem, ParaCore e MultiCore Flow. Os autores concluíram que o cimento RelyX Unicem mostrou maiores valores de resistência do que os outros cimentos estudados, e acreditam que o modo de aplicação e a

menor sensibilidade da técnica do cimento autoadesivo pode ter influenciado no resultado.

Baldea *et al.* (2013) avaliaram a resistência de união (*push-out*) de dois novos cimentos autoadesivos utilizados para a cimentação de pinos de fibra de vidro em canais radiculares obturados com o cimento à base de metacrilato e cones de Resilon. Os cimentos utilizados foram Relyx U200 e Maxcem Elite. Foram utilizados para este estudo 20 molares humanos recém-extraídos. Foi realizado tratamento endodôntico, preparação do espaço protético e a cimentação do pino de fibra de vidro. Seis cortes foram obtidos a partir de cada terço do canal radicular (cervical, média e apical) para realização do teste de *push-out*. Os autores concluíram que o RelyX U200 demonstrou maiores valores de resistência de união possivelmente, pelo fato de ser mais fluído evitando espaços vazios (falhas) e por possuir uma melhor adesão ao pino.

Portanto, a retenção do pino de fibra de vidro no canal radicular também é dependente da união entre cimento e dentina, podendo ser responsável por falhas na cimentação (KIVANC *et al.*, 2013). Dessa forma, cimentos autoadesivos tem mostrado bons resultados e são uma alternativa para reduzir o tempo clínico e evitar falhas na cimentação de pino de fibra de vidro.

### **2.3 Teste de *push-out***

Goracci *et al.* (2004) realizaram um estudo comparando teste de microtração e teste de *push-out* na resistência de união de pinos de fibra. Foram utilizados para este estudo 30 dentes unirradiculares, que foram tratados endodonticamente e divididos em 2 grupos. No grupo A os pinos

de fibra foram cimentados com Excite DSC em combinação com Variolink II (Ivoclar- Vivadent) e no grupo B foi utilizado RelyX Unicem (3M ESPE) para cimentação. O grande número de falhas prematuras (16,9% no grupo A, 27,5 % no grupo B) e a descoberta de altos valores de desvio padrão tornam questionável a confiabilidade da técnica de microtração. Os autores concluíram que quando se mede a resistência de união de pinos de fibra cimentados o teste de *push-out* parece ser mais confiável do que a técnica de microtração.

Soares *et al.* (2008) testaram a hipótese de que a distribuição do estresse e a resistência de união é influenciada pelo tipo de teste utilizado. Para isso foram selecionadas trinta raízes unirradiculares, com semelhança anatômica e recém-extraídas. As coroas foram seccionadas permitindo que as raízes mantivessem um comprimento de 15 mm. Foram então tratadas endodonticamente mantendo 1 mm aquém do ápice. Com instrumentos aquecidos e rotatórios foi desobturado 10 mm de comprimento. Após os pinos de fibra de vidro cônicos foram cimentadas com auxílio de um adesivo convencional (Adper Scotchbond Multi-purpose) e um cimento resinoso dual (RelyX ARC 3M). Em seguida os dentes foram separados aleatoriamente em 3 grupos: micro *push out* (Mpo), ampulheta (Mh) e em forma de bastão (Ms) – teste de micro tração. Quarenta e seis dos 50 bastões falharam e por isso não puderam ser incluídos no teste mecânico. O restante das amostras foram testadas com velocidade de 0.5 mm/min até que ocorresse a fratura. Porém a distribuição do estresse pode ser observada, através de elementos finitos, para os três grupos através de análise qualitativa. Os resultados demonstraram que Mpo e Mh não tiveram diferença estatisticamente significativa. Os resultados demonstraram que o teste

*push out* apresentou valores mais homogêneos na análise de elementos finitos e menor variabilidade nos testes mecânicos. Dessa forma conclui-se que tanto a análise por elementos finitos quanto o teste mecânico, o teste de *push out* apresenta-se mais adequado para analisar a resistência de união de pinos de fibra de vidro cônicos.

Chen *et al.* (2013) relatam que teste de *push-out* tem sido amplamente utilizado para medir a resistência de união de materiais odontológicos ao canal radicular. Os autores investigaram neste estudo se o modo de elasticidade da dentina e materiais obturadores podem afetar a mensuração da resistência de união. Duas fórmulas modificadas para a resistência de união (*push-out*) foram utilizadas para os corpos de prova. Os resultados demonstraram que os parâmetros geométricos e de materiais tem efeitos sobre a resistência de união *push-out*.

### **3. PROPOSIÇÃO**

#### **3.1. Objetivo Geral**

Avaliar a resistência de união de pinos de fibra de vidro à dentina após o pré-tratamento com GSE.

#### **3.2. Objetivos específicos**

Avaliar o efeito do pré-tratamento da dentina radicular com GSE 6,5% e 10%, em diferentes tempos de aplicação (30s, 60s e 120s), na resistência de união e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro cimentados com RelyX U200.

#### **3.3. Hipótese 1**

Este estudo testa a hipótese de que o GSE age positivamente, evitando a degradação da camada híbrida a longo prazo.

#### **3.4. Hipótese 2**

Este estudo testa a hipótese que não há diferença entre as concentrações e tempo de aplicação do GSE e sua efetividade a longo prazo.

## **4. MATERIAIS E MÉTODOS**

### **4.1 Considerações éticas**

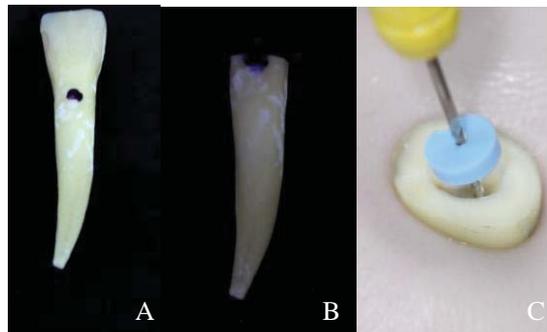
Este estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade de Passo Fundo (UPF) segundo o parecer número 631.273. (Apêndice 1)

### **4.2 Seleção e preparo dos dentes**

Foram utilizados 84 dentes unirradiculares humanos obtidos do banco de dentes da FOP-UPF. Os dentes foram armazenados em solução de timol 0,5% imediatamente após a sua extração e congelados para evitar a degradação do colágeno e das estruturas dentinárias. Os dentes selecionados foram limpos com curetas periodontais (Duflex-SS White-Brasil). Após, foram armazenados em solução fisiológica a 0,9% e novamente congelados até momento da realização do preparo dos dentes e cimentação dos pinos de fibra de vidro. Os passos operatórios de preparo das amostras foram realizados por um operador, previamente treinado, como descrito posteriormente.

Com auxílio de um paquímetro digital (Vonder Paquímetro Eletrônico Digital, Curitiba, PR, Brasil) e caneta para retroprojetor (Pilot S.A., São Paulo, SP, Brazil) os dentes receberam uma marcação 14 mm

acima do ápice radicular (Figura 1A). A porção coronária dos dentes foi removida com auxílio de um disco diamantado dupla face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) de modo a obter um remanescente radicular de 14 mm (Figura 1B). O tecido pulpar presente foi removido totalmente (Figura 1C) por meio de limas tipo K número 15 e 20 (Maillefer, Ballaigues, Suíça), sob abundante irrigação com soro fisiológico.



*Figura 1- Obtenção das raízes. A: dente humano; B: dente seccionado; C: dente completamente sem tecido pulpar.*

Em seguida, cada raiz foi preparada com broca largo nº 2 e 3 (Figura 2A e 2B) sob abundante irrigação com soro fisiológico (Figura 2C). O espaço protético reservado para o retentor intrarradicular foi de 12 mm, uma vez que os dois milímetros apicais não foram preparados. Após o preparo com brocas largo, o elemento dental foi irrigado com GSE nas concentrações de 6,5% e 10%, conforme divisão dos grupos experimentais descritos abaixo.

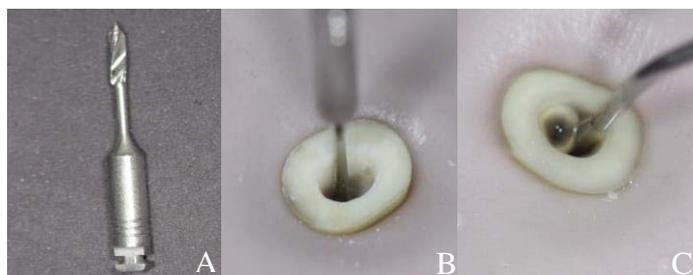


Figura 2- Preparo das amostras. A: broca Largo n°3, B: preparo do canal com broca largo; C: irrigação com soro.

#### 4.3 Divisão dos grupos experimentais

Após o preparo dos dentes, foi realizada uma irrigação com 5ml de soro fisiológico para remoção de debris e restos pulpares sendo divididos aleatoriamente em 14 grupos (n=6). As amostras foram divididas em: G1, nenhum tratamento (controle); G2, GSE 6,5% e G3, GSE 10%. Os grupos que receberam tratamento de dentina com GSE foram subdivididos nos seguintes tempos de aplicação do GSE: 30s, 60s e 120s. Além disso, cada grupo foi dividido em 2 subgrupos de acordo com o tempo de estocagem: 24 horas de armazenamento (grupos imediatos) e 1 ano de armazenamento (grupos mediatos), conforme tabela 1. Os pinos de fibra de vidro Reforpost (Angelus Londrina PR Brasil) foram cimentados com o cimento autoadesivo RelyX U200 (3M ESPE St. Paul, MN, USA). Foi realizado teste de resistência de união (*push out*) para todos os grupos do estudo.

Tabela 1- Divisão dos grupos em estudo

	Mediato			Imediato		
	30s	60s	120s	30s	60s	120s
Controle	6	-	-	6	-	-
GSE 6,5%	-	6	6	6	6	6
GSE 10%	-	6	6	6	6	6

\*Número de dentes utilizados para cada avaliação

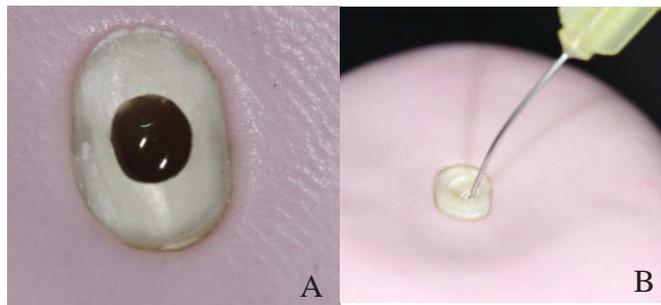
#### 4.4. Tratamento da superfície dentinária

O tratamento de superfície foi realizado com GSE cápsulas (Vitis, Vinifera, Mega- Natural extrato de semente de uva dourado Polyphenolics Madera, CA, EUA) que foi diluído nas seguintes concentrações:

- a) Extrato de semente de uva (GSE) 6,5%
- b) Extrato de semente de uva (GSE) 10%

Para obtenção destas concentrações foi realizado um cálculo matemático da proporção peso/concentração, pelo laboratório de águas da Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade de Passo Fundo.

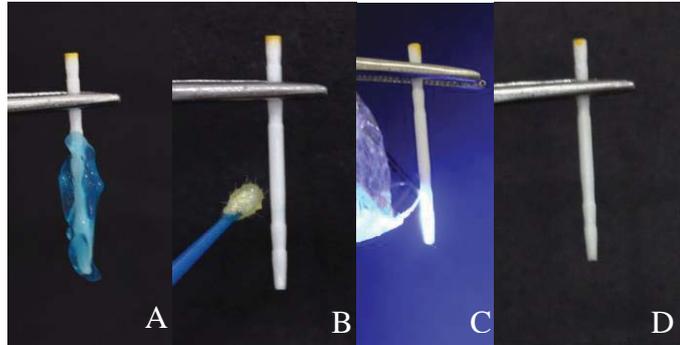
Os canais radiculares foram preenchidos com o GSE (Figura 3A) nos seguintes tempos: 30s, 60s e 120s. Durante o tratamento de superfície, as soluções foram renovadas a cada 30s com seringa e pontas Endo Eze (Ultradent, Indaiatuba, SP, Brasil) (Figura 3B). Após o tratamento no tempo indicado, o canal radicular foi devidamente seco com cones de papel absorvente esterilizados (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland). Para o grupo controle, não foi realizado o tratamento da dentina radicular com GSE.



*Figura 3- Tratamento de superfície. A: dente irrigado com GSE; B: irrigação com pontas Endo Eze.*

#### **4.5 Cimentação do retentor intrarradicular**

Os dentes foram restaurados com pinos de fibras de vidro cimentados com cimento resinoso autoadesivo RelyX U200. Para o preparo do pino de fibra de vidro foi aplicado ácido fosfórico 37% por 15s para remoção de impurezas (Figura 4A) lavado por 30s, secado jatos de ar e realizada a aplicação de fina camada de adesivo Scotchbond Multipurpose (3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil) (Figura 4B e 5). Removidos os excessos do adesivo, foi realizada a fotopolimerização por 20s nas duas faces com fotopolimerizador (Radii device; SDI, São Paulo, SP, Brazil) com intensidade de luz de 450 Mw cm<sup>-2</sup> (Figura 4C).



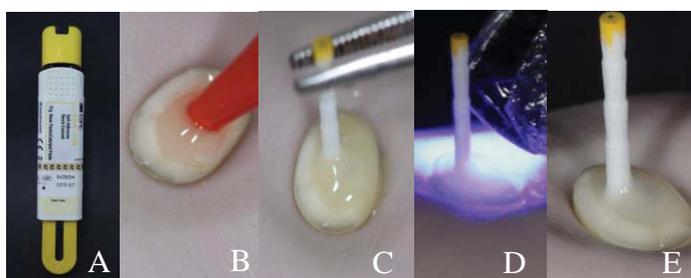
*Figura 4- Preparo do pino. A: aplicação de ácido sobre o pino de fibra de vidro; B: aplicação de adesivo sob a superfície do pino; C: fotopolimerização do adesivo; D: pino recoberto com adesivo.*



*Figura 5 - Adesivo Scotchbond Multipurpose*

O cimento RelyX U200 (Figura 6A) foi dispensado sobre um bloco de papel impermeável e manipulado por 10s. Com o auxílio de seringa Centrix (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), o cimento foi levado

ao interior do canal radicular (Figura 6B) e o pino de fibra foi posicionado e estabilizado manualmente por 20s (Figura 6C) e realizada a fotopolimerização por 5s. Em seguida, foram removidos os excessos de cimento com lâmina de bisturi (Solidor, Barueri, Brasil) e completada a fotoativação por 40s em cada face (vestibular, lingual, mesial e distal) (Figura 6D e 6E).



*Figura 6- Cimentação do pino. A: cimento resinoso; B: inserção do cimento no canal com seringa Centrix; C: estabilização do pino; D: fotopolimerização; E: cimentação final.*

#### **4.6 Obtenção das amostras em forma de fatias**

As raízes foram fixadas em uma placa de resina acrílica (Vipi, São Paulo, Brasil) com cera pegajosa (Technew, Rio de Janeiro, RJ) e adaptadas a uma cortadora metalográfica (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) (Figura 7A) que realizou os cortes sequenciais com disco diamantado dupla face (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), acionado a uma velocidade de 300rpm sob refrigeração (Figura 7B). A partir desses cortes, sete fatias foram obtidas, sendo a primeira descartada. Foram obtidas duas fatias de cada terço do canal com espessura de aproximadamente 1mm cada. As amostras foram mantidas em água a 37°C até a realização do teste.

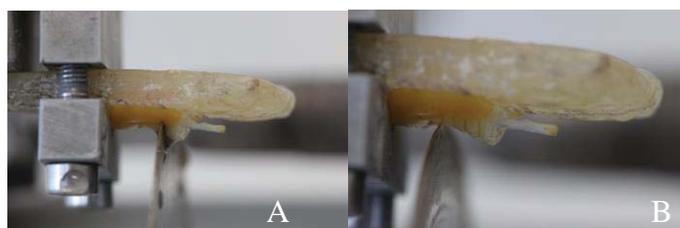


Figura 7- Preparo dos discos. A: corte da raiz; B: Obtenção das fatias.

#### 4.7 Teste de cisalhamento por extrusão (*push-out*)

Para o ensaio de resistência ao cisalhamento por extrusão (*push-out*) cada amostra foi posicionada em um suporte metálico de aço inoxidável, contendo uma perfuração central de 2mm de diâmetro (Figura 8A). A seguir, foi aplicada uma força no sentido ápico-coronal sobre a superfície do pino de fibra de vidro, por meio de uma ponta acoplada em uma Máquina de Ensaio Universal (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) (Figura 8B), a uma velocidade de 1mm/min até o momento da fratura. Para calcular a resistência de união em Mega Pascal (MPa), a carga obtida em Newton (N) foi transformada dividindo força (F) pela área adesiva (A), em milímetros (mm). A área adesiva foi encontrada pela fórmula de tronco de cone:

$$A = \pi(R+r)[(h^2+(R-r)^2)^{0,5}]$$

Na fórmula acima “ $\pi$ ” representa a constante 3,1416; “R” o maior raio do canal radicular na porção cervical do disco; “r”, o menor raio do canal radicular na porção apical do disco. Estes valores foram medidos com o auxílio do “software” Imagelab 2.3 (Borra & Pizzarro - São Paulo, Brasil); “h” é o valor da altura do disco e foi mensurada por meio de um paquímetro digital (Vonder Paquímetro Eletrônico Digital, Curitiba, PR, Brasil).

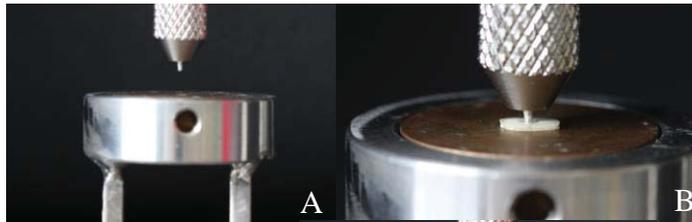
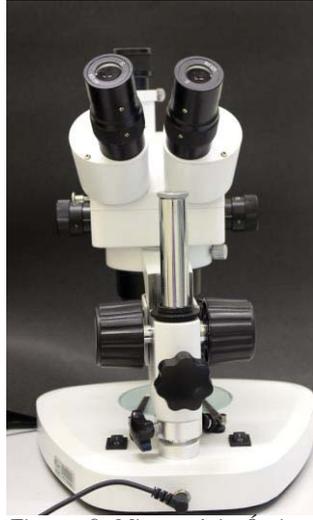


Figura 8- Teste de Push-out. A: amostra posicionado cada amostra; B: amostra de push-out.

#### 4.8 Análise do padrão de fratura

Todos os espécimes fraturados foram analisados em um microscópio óptico com 20x de aumento (Lambda Let 2, ATTO Instruments Co., Hong Kong, China) (Figura 9) em ambos os sentidos do disco (cervical e apical) para determinar o modo de fratura. O modo de fratura foi classificado de acordo com Perdigão et al., 2006 e D’Arcangelo et al., 2007, em 5 tipos: (1) adesiva entre pino e cimento resinoso (cimento não estava visível em volta do pino) (2) mista, com cimento resinoso cobrindo de 0 a 50% do diâmetro total do pino (3) mista com cimento resinoso cobrindo de 50 a 100% da superfície do pino (4) adesiva entre cimento resinoso e dentina radicular (pino envolvido por cimento resinoso) e (5) coesiva em dentina.



*Figura 9- Microscópio Óptico.*

## 5. RESULTADOS

### 5.1 Grupos Mediatos x Grupos Imediatos

Conforme mostrado na tabela 2 3 e 4, não houve diferença estatística na resistência de união logo após a cimentação (24h) e em 12m de armazenamento ( $p>0,05$ ).

*Tabela 2- ANOVA Grupo Imediato*

	Soma dos quadrados	Df	Quadrados médios	F	Valor P
Entre o grupo	37.639	20	1.882	.460	.978
Dentro grupo	879.654	215	4.091		
Total	917.293	235			

Tensão = F/A

*Tabela 3- ANOVA Grupo Mediato*

	Soma dos quadrados	Df	Quadrados médios	F	Valor P
Entre o grupo	82.166	20	4.108	.944	.532
Dentro grupo	948.596	218	4.351		
Total	1030.762	238			

Tensão = F/A

## 5.2 Terço cervical x médio x apical

Todos os terços do canal radicular apresentaram valores de resistência de união similares ( $p > 0,05$ ) (Tabela 4).

Tabela 4- Média (Mpa) e desvio-padrão por terços dos grupos imediatos e mediatos.

conct	tempo	Imediato			Mediato			
		Cerv	Med	Ap	Cerv	Med	Ap	
Controle		5,56 (±1,52)	6,22 (±1,63)	5,79 (±1,97)	5,27 (±2,01)	5,36 (±1,85)	5,28 (±2,16)	
	30	6,33 (±2,18)	5,81 (±2,33)	5,79 (±1,67)	5,06 (±2,53)	5,91 (±1,81)	5,29 (±1,33)	
	6,5%	60	5,44 (±2,26)	5,30 (±1,94)	4,90 (±2,42)	5,65 (±2,32)	5,36 (±2,01)	6,50 (±2,00)
GSE	12	5,26 (±2,39)	5,48 (±2,40)	5,56 (±1,84)	5,57 (±1,86)	7,00 (±2,43)	6,06 (±1,76)	
	0	5,84 (±1,95)	5,32 (±1,62)	5,25 (±2,05)	6,20 (±2,20)	5,13 (±1,86)	5,11 (±1,98)	
	30	5,49 (±1,72)	5,74 (±1,82)	6,31 (±1,76)	5,83 (±2,73)	6,82 (±2,29)	4,99 (±1,40)	
	10%	60	5,06 (±2,01)	4,90 (±2,15)	5,68 (±2,25)	5,92 (±2,44)	5,60 (±2,58)	4,77 (±1,63)
	12	5,06 (±2,01)	4,90 (±2,15)	5,68 (±2,25)	5,92 (±2,44)	5,60 (±2,58)	4,77 (±1,63)	

\*Não houve diferença estatística significativa para os grupos analisados ( $p > 0,05$ )

## 5.3 Concentração x tempo de aplicação do GSE

Foram avaliados os tempos de aplicação (30s, 60s e 120s) e as concentrações (6,5% e 10%) do GSE. Tanto os tempos quanto as concentrações não mostraram diferença estatística significativa ( $p > 0,05$ ) (Tabela 4).

#### 5.4 Análise do Padrão de Fratura

Para análise estatística do padrão de fratura foi utilizado microscópio óptico em aumento de 20X e o número de falhas foram distribuídas conforme Gráfico 1. Nos grupos controle tanto mediato quanto imediato as fraturas predominantes foram as do tipo 3 e 4, de um modo geral nos grupos tratados com GSE tanto nos mediatos como imediatos as fraturas mais predominantes foram as do tipo 2.

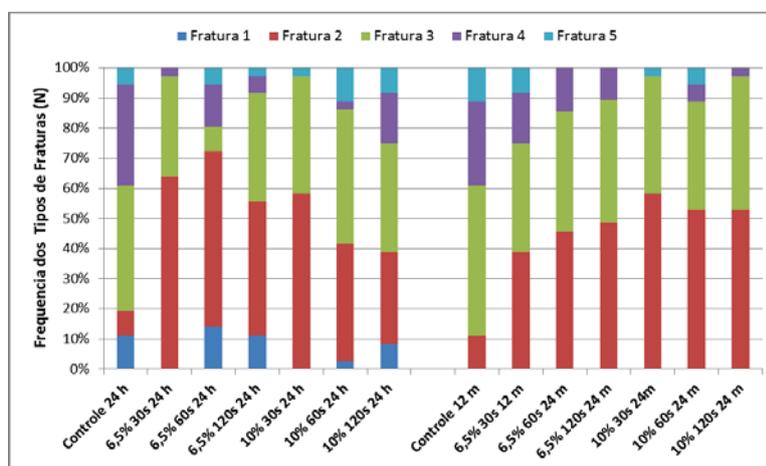


Gráfico 1- Distribuição do modos de falha nos grupos experimentais. Grupos Imediatos (24h) e Mediatos (12m)

## 6. DISCUSSÃO

Os núcleos metálicos fundidos foram, por muitos anos, o principal meio para retenção da porção coronária. Porém, devido ao seu alto módulo de elasticidade (SANTOS-FILHO *et al.*, 2008) gera maior tensão sobre a raiz e maior probabilidade de ocorrer falhas não recuperáveis do elemento dental (Barcellos *et al.*, 2013). Além disso, possuem estética reduzida, possibilidade de corrosão e pigmentação gengival (LASSILA *et al.*, 2004).

Os pinos de fibra de vidro tem sido amplamente utilizados, pois além de reter a restauração oferecem resultados estéticos e funcionais satisfatórios (ALTUN e GUVEN, 2008) e distribuem adequadamente as tensões oclusais (BARCELLOS *et al.*, 2013; ZHOU e WANG, 2013). Segundo Santos-Filho *et al.* (2008) essa distribuição das tensões oclusais ocorre devido ao módulo de elasticidade do material ser semelhante ao da dentina, permitindo um comportamento mecânico similar com o que ocorre naturalmente em dentes hígidos e, conseqüentemente, minimizando a transmissão de tensões para a raiz, reduzindo a possibilidade de ocorrer falhas não recuperáveis no elemento dental.

Barcellos *et al.* (2013) avaliaram pinos de fibra de vidro modelados com resina, não modelados, e núcleos metálicos fundidos, em relação a resistência à fratura e a quantidade de remanescente radicular. Os autores concluíram que os pinos de fibra de vidro tanto os modelados como os não modelados tiveram mais fraturas recuperáveis

se comparados aos núcleos metálicos fundidos, isso porque as falhas neste tipo de pino ocorrem mais no terço cervical do canal radicular. Além disso, os pinos de fibra de vidro não necessitam ser confeccionados em laboratório, reduzindo o número de sessões clínicas e facilitando a técnica restauradora (Monticelli et al., 2008).

Para a união do pino de fibra de vidro à dentina radicular, torna-se necessária a utilização de cimentos resinosos. A adesão dos materiais resinosos na dentina se dá através da impregnação da resina em uma zona de fibrilas colágenas expostas (SANTOS *et al.*, 2011). A resina flui para os espaços interfibrilares envolvendo as fibrilas com monômeros resinosos que são polimerizados posteriormente, promovendo uma retenção mecânica com os compósitos dentinários (MACIEL *et al.*, 1996). Quando o colágeno não é totalmente envolvido por um adesivo ou existe porosidade na camada híbrida, micro e nanopartículas podem acelerar o processo de degradação desta interface (SANTOS et al., 2011), assim a estabilidade da interface adesiva está diretamente relacionada a uma camada híbrida compacta e resistente.

Breschi *et al.* (2008) descrevem que a água tem sido uma das principais causas da degradação do colágeno a longo prazo. A hidrólise faz com que as fibrilas colágenas se desorganizem e fiquem expostas a degradação de enzimas, enfraquecendo assim as propriedades físicas da interface de união (TJÄDERHANE *et al.*, 2013). Além disso, Nishitane *et al.* (2006) identificaram na dentina humana algumas enzimas responsáveis por danos na camada híbrida: as MMPs. Essas enzimas pertencem à família das endopeptidases dependentes do zinco e são capazes de degradar diferentes componentes da matriz extracelular. Na cavidade oral, as MMPs estão ligados a doenças periodontais, a

progressão da cárie, inflamações, entre outros (BOURD-BOITTIN et al., 2005).

As MMPs são responsáveis pela degradação dos componentes da matriz extracelular, incluindo o colágeno tipo I (EPASINGHE et al., 2013). Além destas enzimas, existe ainda a ação dos grupos das Cisteínas e Catepsinas, enzimas proteolíticas que também participam da degradação do colágeno. Essas enzimas agem da seguinte forma: Catepsinas B e L se ligam nas extensões não helicoidais telepeptídeas do colágeno (KIRSCHKE et al., 1982) e catepsina K cliva o colágeno na região de tripla hélice (BROMME et al., 1996). Cisteínas também podem ativar a fosfatase ácida e estão envolvidas em diversas doenças relacionados à degradação da matriz extracelular (NASCIMENTO et al., 2011).

A forte correlação entre catepsina/cisteína e MMPs tem sido recentemente observado na dentina, sugerindo que essas enzimas podem ser responsáveis pela degradação do colágeno, essencial para a formação da camada híbrida. Epasinghe et al. 2013 investigaram os efeitos inibitórios das PAs (1%, 2%, 3%, 4,5% e 6%) sobre as MMPs 2, 8 e 9, catepsina e cisteína (catepsina B e K), sendo a CHX utilizada como um inibidor do grupo controle. Os autores concluíram que a PA inativou mais de 90% das MMPs e cerca de 75 a 90% de cisteína/catepsina B e K. Walter et al. (2007) e Castellan et al. (2010) relataram em seus estudos que o uso de PA induziu ligações cruzadas de colágeno aumentando a sua estabilidade e as propriedades mecânicas da camada híbrida.

A degradação a longo prazo pode ser reduzida com o uso de agentes indutores de ligação cruzada de colágeno. O GSE é composto de cerca de 90% de PA (AL-AMMAR *et al.*, 2009). As PAs estimulam as ligações inter-microfibrilares da matriz de colágeno e ajudam a reduzir

as taxas de biodegradação (CASTELLAN *et al.*, 2010). Seu mecanismo de ação consiste na capacidade de se ligar a proteínas ricas em prolina, como o colágeno, facilitando a hidroxilase que é essencial para a biossíntese de colágeno (CASTELLAN *et al.*, 2013), como resultado há um aumento das suas propriedades químicas e mecânicas, preservando assim a matriz orgânica da degradação enzimática (EPASINGHE *et al.*, 2013), além disso as PAs possuem atividade anti-MMP (KALRA *et al.*, 2013). Macedo *et al.* (2009) relatam que a produção e secreção de MMP-1 e MMP-9 por macrófagos em resposta a patógenos periodontais foram inibidos pelas PAs. As ligações cruzadas associadas à ação contra as colagenases faz com que a PA seja efetiva na prevenção da degradação do colágeno na camada híbrida.

No presente estudo observamos que o GSE não reduziu os valores de resistência de união, mantendo os valores tanto após 24h quanto após 12 meses de armazenamento, rejeitando a primeira hipótese do estudo. Entretanto, não observamos degradação no grupo controle após 12 meses de armazenamento; dessa maneira, sugere-se a realização de estudos com um maior tempo de armazenamento para avaliar a durabilidade adesiva a longo prazo.

Outra questão importante a ser avaliada é o tempo e concentrações adequados para a correta ação do GSE. Para isso avaliamos neste estudo o pré-tratamento da dentina nos seguintes tempos: 30s, 60s e 120s e concentrações de 6,5% e 10%. Tempo e concentração apresentaram valores de resistência de união semelhantes, dessa forma, a hipótese 2 de que não haveria diferença entre as concentrações e tempo de aplicação do GSE e sua efetividade a longo prazo foi aceita neste estudo. Liu *et al.* (2012) realizaram um estudo

comparando a efetividade do GSE em uma concentração de 3,75% aplicando-o em diferentes tempos: 10s, 1min, 30min, 60min, 120min, 360min, 720min, e concluíram que a PA pode ser efetivo e melhorar a estabilidade biológica do colágeno em períodos tão curtos como 10s, porém este estudo foi realizado em dentina coronária, mais estudos devem ser realizados em dentina radicular.

Além disso, FERRARI *et al.* (2000) relataram que a estrutura de colágeno da dentina varia substancialmente ao longo da raiz. No entanto, valores similares na resistência de união foram mostrados nos terços cervical, médio e apical, tanto para os grupos mediatos quanto imediatos. Dessa forma, o cimento resinoso autoadesivo pode ter influenciado positivamente todos os terços avaliados. Esses cimentos dispensam a necessidade de realizar o condicionamento ácido e a aplicação do sistema adesivo em esmalte e dentina tornando o procedimento simplificado, isso reduz a possibilidade de erro em alguma etapa. (FARINA *et al.*, 2011). Cimentos não-autoadesivos podem deixar resíduos de ácido fosfórico ou água no terço apical o que pode gerar uma incompleta polimerização do cimento e valores diferentes de resistência de união para os diferentes terços do canal radicular (Sanares *et al.*, 2001).

Na análise do padrão de fratura pode-se observar maior quantidade de falhas mistas (tipo 2 e 3) para este estudo. A quantidade de falhas do tipo 1 e 5 foram insignificantes. No entanto, nos grupos controle, tanto imediato quanto mediato, houve maior quantidade de falhas adesivas do que nos demais grupos sugerindo que a interface de união pode ter sido mais afetada.

Existem inúmeros estudos na literatura mostrando os efeitos positivos do uso do GSE em relação às propriedades mecânicas e

químicas da matriz orgânica do colágeno coronário (Bredan-Russo et al., 2014; Santos et al., 2011). Apesar deste estudo não mostrar degradação do grupo controle à longo prazo em relação à valores de resistência de união, a dentina tratada com GSE pode apresentar-se mais estável em relação a módulo de elasticidade, dureza e taxas de biodegradação (Bredan-Russo et al., 2014; Santos et al., 2011), sendo que estudos com maior tempo de durabilidade devem ser realizados para comprovar a eficácia do uso dessa substância para a resistência de união. Além disso, não existem estudos na literatura que avaliem o efeito do GSE sobre a dentina radicular, sendo que outros estudos também devem ser realizados.

## **7. CONCLUSÕES**

Dentro das limitações deste estudo podemos concluir que o GSE não afetou negativamente os valores de resistência de união dos pinos de fibra de vidro à dentina radicular.

## **CONSIDERAÇÕES FINAIS**

Inúmeros estudos demonstraram os efeitos do uso do GSE . Seu mecanismo de ação consiste em facilitar a hidroxilase que é essencial para a biossíntese de colágeno, melhorando as propriedades químico-mecânicas e prevenindo a biodegradação da matriz orgânica. O presente estudo mostrou que o GSE não afetou negativamente os valores de resistência de união tanto nos grupos experimentais como nos grupos controle, o que pode estar associado ao tempo de armazenamento das amostras. Outros estudos devem ser realizados com a finalidade de avaliar o uso dessas substâncias, com maior tempo de armazenamento e em dentina radicular.

## REFERÊNCIAS

ACAR, O; TUNCER, D; YUZUGULLU, B; CELIK, C. The effect of dentin desensitizers and Nd:YAG laser pre-treatment on microtensile bond strength of self-adhesive resin cement to dentin. *J Adv Prosthodont*, v. 88, n. 2, p. 88-95, 2014

AL-AMMAR, A.; DRUMMOND, L. J.; BEDRAN-RUSSO, K. N. The Use of Collagen Cross-Linking Agents to Enhance Dentin Bond Strength. *J Biomed Mater Res*, v. 91, n. 1, p. 419-424, 2009.

ALEISA, K.; AL-DWAIRI, Z.N.; ALGHABBAN, R.; GOODACRE, C.J.; Effect of luting agents on the tensile bond strength of glass fiber posts: An in vitro study. *J Prosthet Dent*, v. 46, n. 15, p. 216-222, 2013.

ALTUN, C.; GUVEN, G. Combined technique with glass-fibre-reinforced composite post and original fragment in restoration of traumatized anterior teeth - a case report. *Dent Traumatol*, v. 24, n. 6, p. 76-80, 2008.

BALDEA, B.; FURTOS, G.; ANTAL, M.; NAGY, K.; POPESCU, D.; NICA, L. Push-out bond strength and SEM analysis of two self-adhesive resin cements: An in vitro study. *J Dent Sci*, v. 8, n. 3, p. 296-305, 2013.

BARCELLOS, R. R.; PEREIRA, D.; CORREIA, D.; FARINA, A.P.; FERRAZ, C.C.R.; Cecchin, D. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with intra-radicular post: The effects of post system and dentine thickness. *J Biomech*, v. 110, n. 3, p. 1-6, 2013.

BRESCHI, L; MAZZONI, A; RUGGERI, A; CADENARO, M; DI LENARDA, R; DORIGO, E. S. Dental adhesion review: Aging and

stability of the bonded interface. *Dent Mater*, v. 24, n. 1, p. 90-101, 2008.

BROMME, D; OKAMOTO, K; WANG, B. B; BIROC, S. Human cathepsin a matrix protein-degrading cysteine protease expressed in osteoclasts. *J Biol Chem*, v. 271, n. 4, p. 2126-2132, 1996.

BROYLES, C. A.; PAVAN, S .; BEDRAN-RUSSO, K. A. Effect of Dentin Surface Modification on the Microtensile Bond Strength of Self-Adhesive Resin Cements. *J Prosthodont*, v. 22, n. 1, p. 59-62, 2013.

BEDRAN-RUSSO, A.K.B; CASTELLAN,C.S; MIRELA, S; SHINOHARA, M.S; HASSAN, L; ANTUNES A. Characterization of biomodified dentin matrices for potential preventive and reparative therapies. *Acta Biomater*, v. 7 n. 4, p. 1735-1741, 2011.

BEDRAN-RUSSO, A.K; PAULI, G. F, CHENB, S; MCALPINE, J; CASTELLAN, C; RASIKA S. PHANSALKAR, R.S, THAIANE, R. AGUIAR, T. R; VIDAL, C. M; NAPOTILANO, J. G; NAM, J. W; LEME, A. A. Dentin biomodification: strategies, renewable resources and clinical applications. *Dent Mater*, v. 30, n.1, p. 62-76, 2014.

BOURD-BOITTIN, K; FRIDMAN, R; FANCHON, S; SEPTIER D; GOLDBERG, M; MENASHI, S. Matrix metalloproteinase inhibition impairs the processing, formation and mineralization of dental tissues during mouse molar development. *Exp Cell Res*, v. 304, n. 2, p. 493-505, 2005.

CASTELLAN, C.S.; PEREIRA, P.N, GRANDE, R.H.; BEDRAN-RUSSO, A.K. Mechanical characterization of proanthocyanidin–dentin matrix interaction. *Dent Mater*, v. 26, n. 10, p. 968-973, 2010.

CASTELLAN, C.S; BEDRAN-RUSSO, A. K; ANTUNES, A; PEREIRA, P. N. Effect of dentin biomodification using naturally derived collagen cross-linkers: one-year bond strength study. *Int J Dent*, 2013: 918010.

CECCHIN, D. ALMEIDA, J.F.; GOMES, B.P.; ZAIA, A.A.; FERRAZ, C.C. Deproteinization technique stabilizes the adhesion of the fiberglass post relined with resin composite to root canal. *J Biomed Mater Res*, v. 100B, 2<sup>a</sup> ed, 2011.

CECCHIN, D. , DE ALMEIDA, J.F.; GOMES, B.P.; Zaia A.A.; Ferraz, C.C. Influence of Chlorhexidine and Ethanol on the Bond Strength and Durability of the Adhesion of the Fiber Posts to Root Dentin Using a Total Etching Adhesive System. *J Endod*, v. 37, n. 9, p. 1310-1315, 2011.

CECCHIN, D, FARINA, A.P MATEUS GIACOMIN, M, VIDAL, C. M.P; CARLINI-JUNIOR, FERRAZ, C.C.R ; Influence of Chlorhexidine Application Time on the Bond Strength between Fiber Posts and Dentin. *J Endod*, v. 40, n. 12, p. 2045-2048, 2014.

CHEN, W.; CHEN, Y.Y.; Huang, S.H.; Lin, C.P. Limitations of Push-Out Test in Bond Strength Measurement. *J Endod*, v. 39, n. 2, p. 283-287, 2013.

CIARDELLI, G.; GENTILE, P.; CHIONO, V.; MATTIOLI-BELMONTE, M.; VOZZI, G.; BARBANI, N. Enzymatically crosslinked porous composite matrices for bone tissue regeneration. *J Biomed Mater Res*, v. 92, n.1, p. 137-151, 1992.

DURET, P. B.; REYNAUD, M.; DURET, F. Un nouveau concept de reconstruction corono-radulaire: le composiposte . *Chir Dent Fr*, v. 60, n. 540, p. 131-141, 1990.

EPASINGHE, J. D; YIU, Y. K.C; , BURROW, F.M; HIRAISHI, N; , FRANKLIN RUSSELL TAY, R. F. The inhibitory effect of proanthocyanidin on soluble and collagen-bound proteases. *J Dent*, v. 41, n. 9, p. 832-839, 2013.

FARINA, A. P. Bond Strength of Fiber Posts in Different Root Thirds Using Resin Cement. *J Adhes Dent*, v. 13, n. 2, p. 179-186, 2010.

FARINA, A.P. Bond strength of fibre glass and carbon fibre posts to the root canal walls using different resin cements. *Aust Endod J*, v. 37, n. 2, p. 44-50, 2011.

FARINA, A.P.; PIRES-DE-SOUZA, P.C.F. Estudo ex vivo da resistência de união de pinos de fibra às paredes do canal radicular utilizando diferentes cimentos. 2008. 60 f. Dissertação (Mestrado em Odontologia, área de Materiais Dentários e Prótese, subárea Reabilitação Oral) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

FARIA-E-SILVA, L. A.; MENEZES, M.S.; SILVA, F.P.; REIS, G.R.; MORAES, R.R. Intra-radicular dentin treatments and retention of fiber posts with self-adhesive resin cements, *Braz Oral Res*, v. 27, n. 1, p. 14-19, 2013

FERNANDES, A.S.; DESSAI, G.S. Factors affecting the fracture resistance of post core reconstructed teeth: A review. *J Prosthodont*, v. 14, n. 4, p. 355-363, 2001.

FERRARI, M.; MANNOCCI, F.; VICHI, A.; CAGIDIACO, M.C.; MJOR, I.A. Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. *Am J Dent*, v. 13, n. 5, p. 255-60, 2000.

FREEDMAN, G. The carbon fibre posts: metal-free, post endodontic rehabilitation. *Oral Health*. v. 86, n. 2, p. 23-30, 1996

FOX, k.; WOOD, D.J.; YOUNGSON, C.C. An investigation of the constituent elements and modes of fracture of in vivo fractured metallic posts. *J Dent*, v. 35, n.1, p. 43-49, 2007.

GERTH, H. U.; DAMMASCHKE, T.; ZÜCHNER, H.; SCHÄFER, E. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites - a comparative study. *Dent Mater*, v. 22, n. 10, p. 934-941, 2006.

GORACCI, C.; TAVARES, A.U.; FABIANELLI, A.; MONTICELLI, F.; RAFFAELLI, O.; CARDOSO, P.C.; TAY, F.; FERRARI, M. The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. *Eur J Oral Sci*, v. 112, n. 4, p. 353-361, 2004.

HOMAYON, A., MIRZAE, M.; AHMADI, E.; SAIDI, A. Effect of different post-space pretreatments on fiber post bonding to root dentine. *Dent Res J*, v. 10, n. 4, p. 545-552, 2013

KALRA, M; IQBAL, K; NITISUSANTA, L.I; DAOOD, U; SUM, C.P; FAWZY, A.S. The effect of proanthocyanidins on the bond strength and durability of resin sealer to root dentine. *Int Endod J*, v. 46, n. 2, p. 169-178, 2013.

KIRSCHKE, H; KEMBHAVI, A.A, BOHLEY, P; BARRETT, A.J. Action of rat liver cathepsin L on collagen and other substrates. *Biochem J*, v. 201, n. 2, p. 367-372, 1982.

KIVANC , H. B.; Deniz, H, Uçtaşı, M.B.; Okay, T.C. The effect of different adhesive system applications on push-out bond strengths of glass fiber posts. *J Adv Prosthodont*, v. 5, n. 3, p. 305–31, 2013.

KHALIL, A.; Al-Dwairi Z.N.; Alghabban, R.; Goodacre, C.J. Effect of luting agents on the tensile bond strength of glass fiber posts: An in vitro study. *J Prosthet Dent*, v. 110, n. 3, p. 216-222, 2013.

LASSILA, L.; Tanner, J.; Le Bell, A.M.; Narva, K.; Vallittu, P.K. . Flexural properties of fiber reinforced root canal post. *Dent Mater*, v. 20, n. 15, p. 29-36, 2004.

LIU, Y.; CHEN, M.; YAO, X.; XU, C.; ZHANG, Y.; WANG, Y. Enhancement in dentin collagen's biological stability after proanthocyanidins treatment in clinically relevant time periods. *Dent Mater*, v. 29, n. 4, p. 485-492, 2013.

LIU, Y.; WANG, Y. Effect of proanthocyanidins and photo-initiators on photo-polymerization of a dental adhesive. *J Dent*, v. 41, n. 1, p. 71-79, 2013.

MACEDO, G.V; YAMAUCHI, M; BEDRAN-RUSSO, A.K; Effects of Chemical cross-linkers on caries-affected dentin bonding. *J Dent Res*, v. 88, n. 12, p. 1096-100, 2009.

MACIEL, K. T; CARVALHO, R.M ; RINGLE, R.D; RUSSEL, C.M; PASHLEY, D.H; The effects of acetone, ethanol, HEMA, and air on the

stiffness of human decalcified dentin matrix. *J Dent Res*, v. 75, n. 11, p. 1841-1858, 1996.

MAKADE, S.C.; Meshram, G.K.; Warhadpande, M.; Patil, P.G. A comparative evaluation of fracture resistance of endodontically treated teeth restored with different post core systems - an in-vitro study. *J Adv Prosthodont*, v. 3, n. 2, p. 90-95, 2011.

MARSHALL, G.W. JR. Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int*, v. 24, n. 9, p. 606-17, 1993.

MONTAGNER, A. F.; SARKIS-ONOFRE, R.; PEREIRA-CENCI, T.; CENCI, M.S. MMP Inhibitors on Dentin Stability: A Systematic Review and Meta. *J Dent Res*, v. 93, n. 8, p. 733-743, 2014.

NASCIMENTO, F.D; MINCIOTTI, C.L; GERALDELI, S; CARRILHO, M.R; D.H; PASHLEY; TAY, F.R; NADER, H.B; SALO, T ;TJADERHANE, L; TERSARIOL, L. S. Cysteine cathepsins in human carious dentin. *J Dent Res*, v. 90, n. 4, p. 506-511, 2011.

NISHITANI, Y.; YOSHIYAMA, M.; WADGAONKAR, B.; BRESCHI, L.; MANNELLO, F.; MAZZONI. Activation of gelatinolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives. *Eur J Oral Sci*, v. 114, n. 2, p. 160-166, 2006.

OZLEM,A; DUYGU, T; BULEM ,Y;CIGDEM, C. The effect of dentin desensitizers and Nd:YAG laser pre-treatment on microtensile bond strength of self-adhesive resin cement to dentin. *J Adv Prosthodont*, v. 6, n. 2, p. 88-95, 2014.

PEREIRA, JR.; LINS DO VALLE, A.; GHIZONI, J.S.; LORENZONI, F.C.; RAMOS, M.B, DOS REIS SÓ, M.V. Push-out bond strengths of different dental cements used to cement glass fiber posts. *J Prosthet Dent*, v.11, n. 2, p. 134-140, 2013.

SANARES, A. M.; ITTHAGARUN, A.; KING, N. M.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent. Mater.*, v. 17, n. 6, p. 542-56, 2001.

- SANTOS, P.H; KAROL, S; BEDRAN-RUSSO, A. K. B.  
Nanomechanical properties of biochemically modified dentin bonded interfaces. *J Oral Rehabil* , v. 38, n. 7, p. 541–546, 2011.
- SANTOS- FILHO, P. C. F.; CASTRO, C.G.; SILVA, G.R.; CAMPOS, R.E.; SOARES, C.J. Effects of post system and length on the strain and fracture resistance of root filled bovine teeth. *Int Endod J*, v. 41, n. 6, p. 76-80, 2008.
- SANTOS, H. P.; KAROL,S.; BEDRAN-RUSSO, B. K.A.  
Nanomechanical properties of biochemically modified dentin bonded interfaces. *J Oral Rehabil* , v. 38, n. 7, p. 541–546, 2011.
- SOARES, C. J.; CASTRO, C.G.; SILVA, G.R.; CAMPOS, R.E.; SOARES, C.J. Finite element analysis and bond strength of a glass post to intraradicular dentin: Comparison between microtensile and push-out tests. *Dent Mater*, v. 24, n. 10, p. 1405-11, 2008.
- SCAFFA PM, VIDAL CM, BARROS N, GESTEIRA TF, CARMONA AK, BRESCHI L. Chlorhexidine inhibits the activity of dental cysteine cathepsins. *J Dent Res*, v. 91, n. 4, p. 420-425, 2012.
- SMITH, C. T.; SHUMAN, N.J.; WASSON, W. Biomechanical criteria for evaluating prefabricated post-and-core systems: A guide for the restorative dentist. *Quintessence Int*, v. 29, n. 5, p. 305-312, 1998.
- TJÄDERHANE, L.; NASCIMENTO, F.D.; BRESCHI, L.; MAZZONI, A.; TERSARIOL, I.L.; GERALDELI, S.; TEZVERGIL-MUTLUAY, A.; CARRILHO, M.; CARVALHO, R.M.; TAY, F.R.; PASHLEY, D.H. Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer-A review. *Dent Mater*, v. 29, n. 10, p. 999-1011, 2013.
- VALDIVIA, M.C.D. A.; RAPOSO, L.H.; SIMAMOTO-JÚNIOR, P.C.; NOVAIS, V.R.; SOARES , C.J. The effect of fiber post presence and restorative technique on the biomechanical behavior of endodontically treated maxillary incisors: An in vitro study. *J Prosthet Dent*, v. 108, n. 3, p. 147-157, 2012.

WALTER, R.; MIGUEZ, P.A.; ARNOLD, R.R.; PEREIRA, P.N.; DUARTE, W.R.; YAMAUCHI, M. Effects of Natural Cross-Linkers on the Stability of Dentin Collagen and the Inhibition of Root Caries in vitro. *Caries Res*, v. 42, n. 4, p. 263–268, 2008.

XIE, Q.; BEDRAN-RUSSO, K. A.; WU, D.C. In vitro remineralization effects of grape seed extract on artificial root caries. *J Dent*, v. 36, n. 11, p. 900-906, 2008.

YOSHIDA, Y.; VAN MEERBEEK, B.; NAKAYAMA, Y.; SNAUWAERT, J.; HELLEMANS, L.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G.; WAKASA, K. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res*, v. 79, n. 2, p. 709-714, 2000.

ZHOU, L., WANG, Q. Comparison of fracture resistance between cast posts and fiber posts: a meta-analysis of literature. *J Endod*, v. 39, n. 1, p. 11-15, 2013.

## **APÊNDICES**

## APÊNDICE 1 – Parecer nº 631.273 do Comitê de Ética em Pesquisa

UNIVERSIDADE DE PASSO  
FUNDO/ PRÓ-REITORIA DE  
PESQUISA E PÓS-



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** INFLUÊNCIA DO EXTRATO DE SEMENTE DE UVA NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO E DURABILIDADE ADESIVA À DENTINA RADICULAR DE PINOS DE FIBRA DE VIDRO CIMENTADOS COM CIMENTO AUTOADESIVO

**Pesquisador:** Gabrielle De Carli da Silva

**Área Temática:**

**Versão:**

**CAAE:** 30314214.8.0000.5342

**Instituição Proponente:** UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 631.273

**Data da Relatoria:** 30/04/2014

#### **Apresentação do Projeto:**

O projeto foi anexado na íntegra e sob forma reduzida para apreciação pelo CEP. O pesquisador apresentou o termo de doação de órgãos assinado pelo responsável pelo banco de dentes.

#### **Objetivo da Pesquisa:**

Investigar a resistência de união de pinos de fibra de vidro à dentina radicular, utilizando agente de união resinoso autoadesivo e diferentes pré-tratamentos da dentina radicular: extrato de semente de uva em diferentes concentrações e tempos de aplicação.

#### **Avaliação dos Riscos e Benefícios:**

Conforme relatado pela pesquisadora, não haverá riscos há nenhum indivíduo, uma vez que os dentes serão obtidos do Banco de Dentes da FOUFP. Os resultados obtidos após a execução do estudo poderão esclarecer sobre o melhor e mais duradouro método de união entre dentina, cimento resinoso e pinos de fibra de vidro.

#### **Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:**

O estudo está bem delineado. Apresenta uma metodologia concisa e adequada para alcançar os objetivos do estudo. O tamanho da amostra (número de dentes extraídos = 84) é estatisticamente adequado. O orçamento foi apresentado em detalhes e a pesquisadora declara arcar com os custos

Continuação do Parecer: 631.273

do projeto. O cronograma prevê início da execução do projeto para abril de 2014.

**Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:**

O protocolo foi instruído e apresentado de maneira completa e adequada. Os compromissos do (a) pesquisador (a) e das Instituições envolvidas estavam presentes. O projeto foi considerado claro em seus aspectos científicos, metodológicos e éticos.

**Recomendações:**

Após o término da pesquisa, o CEP UPF solicita:

- a) A devolução dos resultados do estudo a Instituição que forneceu os dados;
- b) Enviar o relatório final da pesquisa, pela plataforma, utilizando a opção, no final da página, "Enviar Notificação" + relatório final.

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

Diante do exposto, este Comitê, de acordo com as atribuições definidas na Resolução n. 466/12, do Conselho Nacional da Saúde, Ministério da Saúde, Brasil, manifesta-se pela aprovação do projeto de pesquisa na forma como foi proposto.

**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Apreciação da CONEP:**

Não

PASSO FUNDO, 30 de Abril de 2014

---

Assinado por:  
Nadir Antonio Pichler  
(Coordenador)

**ARTIGO - *Journal of Endodontics***

---

**EFEITO DO EXTRATO DE SEMENTE DE UVA NA ADESÃO DE  
PINOS DE FIBRA DE VIDRO À DENTINA <sup>2</sup>**

Gabrielle De Carli da Silva, DDS, Douglas Cecchin\*, PhD, Ana Paula Farina\*,  
PhD

\*Departamento de odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia da  
Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, RS, Brazil

Endereço de correspondência para Ana Paula Farina, Universidade de Passo  
Fundo, Campus I, Faculdade de Odontologia, BR 285, Km 171, Bairro São José,  
Caixa Postal 611, 99052-900, Passo Fundo, Rio Grande do Sul, Brazil (Tel.: +55  
54 3316 8402; Fax.: +55 54 3316 8403); e-mail : [ana\\_goergen@yahoo.com.br](mailto:ana_goergen@yahoo.com.br)

---

<sup>2</sup> Gabrielle De Carli da Silva

**Agradecimentos:** Os autores negam conflitos de interesse relacionados com o presente estudo.

### **Resumo**

**Introdução:** O objetivo deste estudo foi investigar a resistência de união de pinos de fibra de vidro cimentados com cimento resinoso autoadesivo após o pré-tratamento da dentina radicular com extrato de semente de uva (GSE) em diferentes tempos e concentrações. **Métodos:** Foram utilizados 84 dentes unirradiculares humanos, sendo realizado o pré-tratamento da dentina com GSE à 6,5% e 10% em diferentes tempos de aplicação: 30s, 60s, 120s. Pinos de fibra de vidro foram cimentados com cimento auto-adesivo RelyX U200. As raízes foram seccionadas em 6 fatias de aproximadamente 1mm, obtendo-se 2 fatias de cada terço (cervical, médio e apical). As amostras foram submetidas ao teste de *push-out* em Máquina de Ensaio Universal a uma velocidade de 1 mm/min até o momento da fratura. Em metade das amostras os testes de resistência de união foram realizados após 24 horas de armazenamento (grupos imediatos) e na outra metade após 12 meses de armazenamento (grupos mediatos). Os valores de resistência de união foram analisados estatisticamente pelo teste ANOVA. **Resultados:** Não houve diferença estatística significativa entre os grupos mediatos e imediatos nos

diferentes tempos e concentrações analisados de aplicação do GSE ( $p>0,05$ ). **Conclusão:** O GSE não afetou negativamente os valores de resistência de união dos pinos de fibra de vidro à dentina radicular.

**Palavras-chave:** Extrato de semente de uva, pinos de fibra de vidro, push-out

## **Introdução**

Com a perda de estrutura coronária devido à cárie, traumas, restaurações mal sucedidas ou inadequada remoção de estrutura dental durante o tratamento endodôntico (1) podem ocorrer fragilização dental e conseqüentemente risco de fraturas dentais (2). Nesses casos, torna-se necessária a utilização de pinos intrarradiculares a fim de reter a porção coronária da restauração (3).

Durante muitos anos os núcleos metálicos fundidos foram amplamente utilizados (4). No entanto, eles apresentam algumas desvantagens como alto módulo de elasticidade predispondo fraturas radiculares (5), estética reduzida e possibilidade de corrosão (6) limitando assim a sua utilização. Os pinos de fibra de vidro possuem alta resistência à flexão e módulo de elasticidade semelhante ao da dentina, minimizando a transmissão de tensões à raiz e, conseqüentemente, reduzindo a possibilidade de falhas não recuperáveis do remanescente dental (7). Além disso, podem oferecer melhores resultados estéticos (8) se comparados a núcleos metálicos fundidos.

Pinos de fibra de vidro são utilizados juntamente com cimentos resinosos na união entre pino e dentina radicular (9). Os cimentos resinosos autoadesivos simplificam a técnica de cimentação pois

dispensam a necessidade de realizar o condicionamento ácido e aplicação do sistema adesivo, reduzindo o tempo clínico (3M ESPE, 2014). Sua adesão se dá através da retenção micromecânica e a interação química entre grupos ácidos monoméricos e a hidroxiapatita (10). Esta união, no entanto, pode sofrer alterações ao longo do tempo através da degradação da camada híbrida e conseqüentemente diminuir a resistência de união (11) à dentina.

Sabe-se que a dentina é formada por 50% mineral, 20% água e 30% de matéria orgânica (12), sendo essa formada por 90% de colágeno tipo I (13). O colágeno é resistente a maioria das enzimas com exceção das collagenases, as quais pertencem o grupo das metaloproteinases (MMPS) e Cisteína-Catepsina, enzimas responsáveis por danos químicos na estrutura do colágeno (14). A presença de água (11), danos mecânicos provocados por forças oclusais (15) e a degradação do cimento (16) também são fatores responsáveis por tal degradação. Dessa maneira, o pré-tratamento da dentina vem sendo estudado como uma forma de reduzir a degradação das fibrilas colágenas, pois através das ligações cruzadas formam uma rede de fibrilas colágenas com maior densidade, dificultando a sorção de água e conseqüentemente influenciando processos como a hidrólise (17) evitando a degradação da camada

híbrida (18). Para isso, o extrato de semente de uva (GSE), composto de aproximadamente 90% de proantocianidinas (PAs), tem mostrado bons resultados na redução dessa degradação (19), reduzindo o potencial destrutivo das metaloproteinases (20).

As PAs são estruturas fenólicas (20) encontradas em frutas, legumes, nozes e sementes, compostas por monômeros, polímeros e catequinas, estes compostos não são tóxicos (21) e ajudam reduzir as taxas de biodegradação do colágeno (22). Seu mecanismo de ação consiste na capacidade de se ligar a proteínas ricas em prolina, tais como o colágeno, facilitando a hidroxilase que é essencial para a biossíntese de colágeno (23) e a conversão de colágeno solúvel em insolúvel (18). Além disso, as PAs possuem propriedades antioxidantes potentes que inibem a degradação do colágeno, reduzindo o potencial destrutivo das MMPs e, conseqüentemente, evitando a degradação a longo prazo (20).

Sendo assim, este estudo propôs avaliar o efeito do pré-tratamento da dentina com GSE na resistência de união e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro utilizando cimento autoadesivo.

## **Materiais e métodos**

### **Preparação das amostras:**

Foram utilizados 84 dentes unirradiculares humanos obtidos do banco de dentes da FOP-UPF. A porção coronária dos dentes foi removida com auxílio de um disco diamantado dupla face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) de modo a obter um remanescente radicular de 14 mm. O tecido pulpar presente foi removido por meio de limas tipo K número 15 (Maillefer, Ballaigues, Suíça) e após foi utilizados broca largo nº 2 e 3. O espaço protético reservado para o retentor intrarradicular foi de 12 mm, uma vez que os dois milímetros apicais não foram preparados. Após o preparo com brocas largo, o elemento dental foi irrigado com GSE rico em PA nas concentrações de 6,5% e 10%.

### **Divisão dos grupos experimentais:**

As amostras foram divididas em: G1, nenhum tratamento (controle); G2, GSE 6,5% e G3, GSE 10%. Os grupos que receberam tratamento de dentina com GSE foram subdivididos nos seguintes tempos de aplicação do GSE: 30s , 60s e 120s. Além disso, cada grupo foi dividido em 2 subgrupos de acordo com o tempo de estocagem: 24

horas de armazenamento (grupos imediatos) e 1 ano de armazenamento (grupos mediatos). Os pinos de fibra de vidro Reforpost (Angelus Londrina PR Brasil) foram cimentados com o cimento autoadesivo RelyX U200 (3M ESPE St. Paul, MN, USA). Foi realizado teste de resistência de união (*push-out*) para todos os grupos do estudo. O tratamento de superfície foi realizado com GSE cápsulas (Vitis, Vinifera, Mega Natural, extrato de semente de uva dourado, Polyphenolics Madera, CA, EUA) que foi diluído nas seguintes concentrações : Extrato de semente de uva (GSE) 6,5% e 10%. Os canais radiculares foram preenchidos com o GSE nos seguintes tempos: 30s, 60s e 120s. Durante o tratamento de superfície, as soluções foram renovadas a cada 30s com seringa e pontas Endo Eze (Ultradent, Indaiatuba, SP, Brasil). Após o tratamento no tempo indicado, o canal radicular foi devidamente seco com cones de papel absorvente esterilizados (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland). Para o grupo controle, não foi realizado o tratamento da dentina radicular com GSE.

#### **Cimentação do retentor intrarradicular:**

Os dentes foram restaurados com pinos de fibras de vidro cimentados com cimento resinoso autoadesivo RelyX U200. Para o preparo do pino de fibra de vidro foi aplicado ácido fosfórico 37% por

15s para remoção de impurezas, lavado por 30s, secado jatos de ar e realizada a aplicação de fina camada de adesivo Scotchbond Multipurpose (3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil). Removidos os excessos do adesivo, foi realizada a fotopolimerização por 20s nas duas faces com fotopolimerizador (Ratii device; SDI, São Paulo, SP, Brazil) com intensidade de luz de  $450 \text{ Mw cm}^{-2}$ . O cimento foi dispensado sobre um bloco de papel impermeável e manipulado por 10s. Com o auxílio de seringa Centrix (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), o cimento foi levado ao interior do canal radicular e o pino de fibra foi posicionado e estabilizado manualmente por 20s e realizada a fotopolimerização por 5s. Em seguida, foram removidos os excessos de cimento com lâmina de bisturi (Solidor, Barueri, Brasil) e completada a fotoativação por 40s em cada face (vestibular, lingual, mesial e distal).

#### **Preparação de amostras e Análise de Falhas:**

Cada raiz foi cortada horizontalmente a uma velocidade de 300rpm sob abundante refrigeração. A partir desses cortes, sete fatias foram obtidas, sendo a primeira descartada. Foram obtidas duas fatias de cada terço do canal com espessura de aproximadamente 1mm (n=36). O teste de cisalhamento por extrusão foi realizada através da aplicação de uma carga de 1 mm/min em sentido apical para cervical até o momento

da fratura. A área de ligação e os valores de resistência de união foram expressos em megapascals (MPa). O modo de fratura foi classificado de em 5 tipos: (1) adesiva entre pino e cimento resinoso (cimento não estava visível em volta do pino) (2) mista, com cimento resinoso cobrindo de 0 a 50% do diâmetro total do pino (3) mista com cimento resinoso cobrindo de 50 a 100% da superfície do pino (4) adesiva entre cimento resinoso e dentina radicular (pino envolvido por cimento resinoso) e (5) coesiva em dentina.

## **Resultados**

### **5.1 Grupos Mediatos x Grupos Imediatos**

Conforme mostrado na tabela 2, 3 e 4 não houve diferença estatística na resistência de união logo após a cimentação (24h) e em 12m de armazenamento ( $p>0,05$ ).

*Tabela 2. ANOVA Grupo Imediato*

	Soma dos quadrados	Df	Quadrados médios	F	Valor P
Entre o grupo	37.639	20	1.882	.460	.978
Dentro grupo	879.654	215	4.091		
Total	917.293	235			

Tensão = F/A

*Tabela 3. ANOVA Grupo Mediato*

	Soma dos quadrados	Df	Quadrados médios	F	Valor P
Entre o grupo	82.166	20	4.108	.944	.532
Dentro grupo	948.596	218	4.351		
Total	1030.762	238			

Tensão = F/A

## **5.2 Terço cervical x médio x apical**

Todos os terços do canal radicular apresentaram valores de resistência de união similares ( $p > 0,05$ ) (Tabela 4).

Tabela 5- Média (Mpa) e desvio-padrão por terços dos grupos imediatos e mediatos.

Conct	tempo	Cerv	Imediato		Mediato		
			Med	Ap	Cerv	Med	Ap
Controle		5,56 (±1,52)	6,22 (±1,63)	5,79 (±1,97)	5,27 (±2,01)	5,36 (±1,85)	5,28 (±2,16)
	30	6,33 (±2,18)	5,81 (±2,33)	5,79 (±1,67)	5,06 (±2,53)	5,91 (±1,81)	5,29 (±1,33)
	6,5%	60	5,44 (±2,26)	5,30 (±1,94)	4,90 (±2,42)	5,65 (±2,32)	5,36 (±2,01)
GSE	120	5,26 (±2,39)	5,48 (±2,40)	5,56 (±1,84)	5,57 (±1,86)	7,00 (±2,43)	6,06 (±1,76)
	30	5,84 (±1,95)	5,32 (±1,62)	5,25 (±2,05)	6,20 (±2,20)	5,13 (±1,86)	5,11 (±1,98)
	10%	60	5,49 (±1,72)	5,74 (±1,82)	6,31 (±1,76)	5,83 (±2,73)	6,82 (±2,29)
	120	5,06 (±2,01)	4,90 (±2,15)	5,68 (±2,25)	5,92 (±2,44)	5,60 (±2,58)	4,77 (±1,63)

\*Não houve diferença estatística significativa para os grupos analisados (p>0,05)

### 5.3 Concentração x tempo de aplicação do GSE

Foram avaliados os tempos de aplicação (30s, 60s e 120s) e as concentrações (6,5% e 10%) do GSE. Tanto os tempos quanto as concentrações não mostraram diferença estatística significativa (p>0,05).

### 5.4 Análise do Padrão de Fratura

Para análise estatística do padrão de fratura foi utilizado microscópio óptico em aumento de 20X e o número de falhas foram distribuídas conforme Gráfico 1. Na análise do padrão de fratura pode-se observar maior quantidade de falhas mistas (tipo 2 e 3) para este estudo. A quantidade de falhas do tipo 1 e 5 foram insignificantes. Para os

grupos controle, tanto imediato quanto mediato, houve maior quantidade de falhas adesivas (tipo 4).

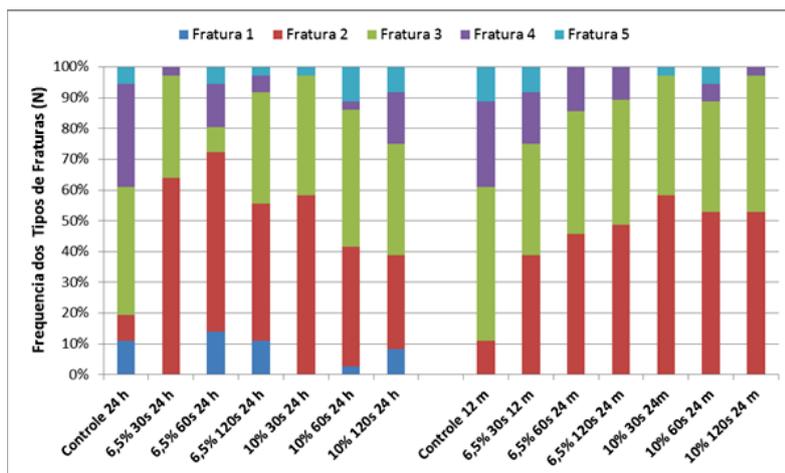


Gráfico 1- Distribuição dos modos de falha nos grupo experimentais. Grupos: Imediatos (24h) e Mediatos (12m).

## Discussão

Os pinos de fibra de vidro tem sido amplamente utilizados, pois além de reter a restauração oferecem resultados estéticos e funcionais satisfatórios (8) e conseguem distribuir adequadamente as tensões oclusais. Para cimentação dos pinos de fibra de vidro utilizamos cimentos resinosos. A adesão de materiais resinosos na dentina se dá

através da impregnação de resina em uma zona de fibrilas colágenas expostas (24) formando uma camada híbrida íntegra.

Essa resina flui para os espaços interfibrilares, envolvendo as fibrilas com monômeros resinosos que são posteriormente polimerizados, promovendo uma retenção mecânica com os compósitos dentinários (25). Quando o colágeno não é totalmente envolvido por um adesivo ou existe porosidade na camada híbrida, micro e nanopartículas podem acelerar o processo de degradação desta interface (24). Assim, a estabilidade da interface adesiva está diretamente relacionada a uma camada híbrida compacta e resistente. Além disso, tem sido relatado que a água é uma das principais causas da degradação do colágeno a longo prazo (26).

A hidrólise faz com que as fibrilas colágenas se desorganizem e fiquem expostas a degradação de enzimas, enfraquecendo as propriedades físicas da interface de união (11). Foram identificadas também na dentina humana algumas enzimas responsáveis por danos na camada híbrida: as MMPs (27). Essas enzimas pertencem à família das endopeptidases dependentes do zinco e são capazes de degradar diferentes componentes da matriz extracelular. Na cavidade oral, as MMPs estão ligados a doenças periodontais, a progressão da cárie,

inflamações, entre outros (28), sendo responsáveis pela degradação dos componentes da matriz extracelular, incluindo o colágeno tipo I (29).

Além dessas enzimas, existe ainda a ação dos grupos das Cisteínas e Catepsinas, enzimas proteolíticas que também participam da degradação do colágeno. Estas enzimas agem da seguinte forma: Catepsinas B e L se ligam nas extensões não helicoidais telepeptídeas do colágeno (30) e a catepsina K cliva o colágeno na região de tripla hélice (31). Cisteínas também podem ativar a fosfatase ácida e estão envolvidas em diversas doenças relacionados à degradação da matriz extracelular (31). A forte correlação entre catepsina/cisteína e MMPs tem sido recentemente observado na dentina, sugerindo que essas enzimas podem ser responsáveis pela degradação do colágeno na camada híbrida.

Dessa maneira, foi investigado os efeitos inibitórios do PA (1%, 2%, 3%, 4,5% e 6%) sobre as MMPs 2, 8 e 9, catepsina (B e K), e cisteína, sendo a CHX utilizada como um inibidor do grupo controle. Os autores concluíram que a PA inativou mais de 90% das MMPs e cerca de 75 a 90% de cisteína/catepsina B e K (29). Inúmeros estudos relataram que o uso de PA induziu ligações cruzadas de colágeno aumentando a sua estabilidade e as propriedades mecânicas da camada híbrida (22, 24).

Os resultados do presente estudo mostraram que o GSE não reduziu os valores de resistência de união, mantendo os valores tanto após 24h quanto após 12 meses de armazenamento, rejeitando a primeira hipótese do estudo. Entretanto, não observamos degradação no grupo controle após 12 meses de armazenamento; dessa maneira, estudos com um maior tempo de armazenamento devem ser realizados.

Outra questão importante a ser avaliada é o tempo e concentrações adequados para a correta ação do GSE. Para isso avaliamos neste estudo o pré-tratamento da dentina nos seguintes tempos: 30s, 60s e 120s e concentrações de 6,5% e 10%. Tanto os diferentes tempos quanto as concentrações apresentaram valores de resistência de união semelhantes, dessa forma, a hipótese 2 de que não haveria diferença entre as concentrações e tempo de aplicação do GSE e sua efetividade a longo prazo foi aceita neste estudo. Liu et al (21) realizaram um estudo comparando a efetividade do GSE em uma concentração de 3,75% aplicando-o em diferentes tempos: 10s, 1min, 30min, 60min, 120min, 360min, 720min, e concluíram que a PA pode ser efetivo e melhorar a estabilidade biológica do colágeno em períodos tão curtos como 10s. No entanto, este estudo utilizou dentina coronária, sendo que mais estudos devem ser realizados em dentina radicular.

Valores similares na resistência de união foram mostrados nos terços cervical, médio e apical, tanto para os grupos mediatos quanto imediatos. Dessa forma, o cimento resinoso autoadesivo pode ter influenciado positivamente todos os terços avaliados. Esses cimentos dispensam a necessidade de realizar o condicionamento ácido e a aplicação do sistema adesivo em esmalte e dentina tornando o procedimento simplificado, isso reduz a possibilidade de erro em alguma etapa (34). Além disso, cimentos resinosos convencionais podem deixar resíduos de ácido fosfórico ou água no terço apical o que pode gerar uma incompleta polimerização do cimento e valores diferentes de resistência de união para os diferentes terços do canal radicular (35).

Na análise do padrão de fratura, pode-se observar maior quantidade de falhas mistas (tipo 2 e 3) para este estudo. A quantidade de falhas do tipo 1 e 5 foram insignificantes. No entanto, nos grupos controle, tanto imediato quanto mediato, houve maior quantidade de falhas adesivas (tipo 4) do que nos demais grupos sugerindo que a interface de união pode ter sido mais afetada.

Existem inúmeros estudos na literatura mostrando os efeitos positivos do uso do GSE em relação às propriedades mecânicas e químicas da matriz orgânica do colágeno coronário (24, 36). Apesar

deste estudo não mostrar degradação do grupo controle à longo prazo em relação à valores de resistência de união, a dentina tratada com GSE pode apresentar-se mais estável em relação a módulo de elasticidade, dureza e taxas de biodegradação (24, 36), sendo que estudos com maior tempo de durabilidade devem ser realizados para comprovar a eficácia do uso dessa substância para a resistência de união. Além disso, não existem estudos na literatura que avaliem o efeito do GSE sobre a dentina radicular, sendo que outros estudos também devem ser realizados.

### **Conclusão**

Dentro das limitações deste estudo podemos concluir que o GSE não afetou negativamente os valores de resistência de união dos pinos de fibra de vidro à dentina radicular.

## **Agradecimentos**

Os autores agradecem a Angelus pela doação dos pinos, a UPF e a CAPES pelo apoio financeiro.

## Referências

1. FREEDMAN, G. The carbono fibre posts: metal-free, post endodontic reabilitacion. *Oral Health* 1996; 86:23-30, 1996.
2. DURET, PB, REYNAUD, M, DURET, F. Un nouveau concept de reconstruction corono-radicaire: le composiposte . *Chir Dent Fr* 1990; 60: 131-141.
3. FOX, k, WOOD, DJ.; YOUNGSON, CC. An investigation of the constituent elements and modes of fracture of in vivo fractured metallic posts. *J Dent* 2007; 35: 43,49.
4. SMITH, CT, SHUMAN, NJ.; WASSON, W. Biomechanical criteria for evaluating prefabricated post-and-core systems: A guide for the restorative dentist. *Quintessence Int* 1998; 29: 305-312.
5. SANTOS- FILHO, PCF, CASTRO, CG; SILVA, GR, CAMPOS, et al. Effects of post system and length on the strain and fracture resistance of root filled bovine teeth. *Int Endod J* 2008; 41: 76-80.
6. LASSILA, L, Tanner, J, Le Bell, AM, et al. Flexural properties of fiber reinforced root canal post. *Dent Mater* 2004; 20: 29-36.
7. BARCELLOS, RR, PEREIRA, D, CORREIA, D, et al. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with intraradicular post: The effects of post system and dentine thickness. *J Biomech* 2013; 110: 1-6.
8. ALTUN, C, GUVEN, G. Combined technique with glass-fibre-reinforced composite post and original fragment in restoration of traumatized anterior teeth - a case report. *Dent Traumatol* 2008; 24: 76-80.

9. CECCHIN, D. ALMEIDA, J.F, GOMES, BP.; ZAIA, A.A, et al. Deproteinization technique stabilizes the adhesion of the fiberglass post relined with resin composite to root canal. *J Biomed Mater Res* 2011; v. 100B.
10. ACAR, O, TUNCER, D, YUZUGULLU, B, et al. The effect of dentin desensitizers and Nd:YAG laser pre-treatment on microtensile bond strength of self-adhesive resin cement to dentin. *J Adv Prosthodont* 2014; 88: 88-95.
11. TJÄDERHANE, L, NASCIMENTO, FD.; BRESCHI, L, et al.. Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer-A review. *Dent Mater* 2013; 29: 999-1011.
12. MARSHALL, GW.JR. Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int* 1993; 24: 606-17.
13. BEDRAN-RUSSO, AK, CASTELLAN,CS, MIRELA, S, et al. Characterization of biomodified dentin matrices for potential preventive and reparative therapies. *Acta Biomater* 2011; 7: 1735-41.
14. MONTAGNER, AF, SARKIS-ONOFRE, R, PEREIRA-CENCI, T, et al.. MMP Inhibitors on Dentin Stability: A Systematic Review and Meta. *J Dent Res* 2014; 93: 733-43.
15. CECCHIN, D. , DE ALMEIDA, J.F.; GOMES, B.P.; Zaia A.A.; Ferraz, C.C. Influence of Chlorhexidine and Ethanol on the Bond Strength and Durability of the Adhesion of the Fiber Posts to Root Dentin Using a Total Etching Adhesive System. *J Endod* 2011; 9: 1310-15.
16. BALDEA, B.; FURTOS, G.; ANTAL, M.; NAGY, K.; POPESCU, D.; NICA, L. Push-out bond strength and SEM analysis of two self-adhesive resin cements: An in vitro study. *J Dent Sci* 2013; 8:296-305.

17. CIARDELLI, G.; GENTILE, P.; CHIONO, V.; MATTIOLI-BELMONTE, M.; VOZZI, G.; BARBANI, N. Enzymatically crosslinked porous composite matrices for bone tissue regeneration. *J Biomed Mater Res* 1992; 92: 137-51.
18. XIE, Q.; BEDRAN-RUSSO, K. A.; WU, D.C. In vitro remineralization effects of grape seed extract on artificial root caries. *J Dent* 2008; 36: 900-06.v. 36, n. 11, p. 900-906, 2008.
19. AL-AMMAR, A.; DRUMMOND, L. J.; BEDRAN-RUSSO, K. N. The Use of Collagen Cross-Linking Agents to Enhance Dentin Bond Strength. *J Biomed Mater Res* 2009; 91: 419-24.
20. KALRA, M; IQBAL, K; NITISUSANTA, L.I; DAOOD, U; SUM, C.P; FAWZY, A.S. The effect of proanthocyanidins on the bond strength and durability of resin sealer to root dentine. *Int Endod J* 2013; 46: 169-78.
21. LIU, Y.; WANG, Y. Effect of proanthocyanidins and photo-initiators on photo-polymerization of a dental adhesive. *J Dent* 2013; 41: 71-79.
22. CASTELLAN, C.S.; PEREIRA, P.N, GRANDE, R.H.; BEDRAN-RUSSO, A.K. Mechanical characterization of proanthocyanidin–dentin matrix interaction. *Dent Mater* 2010; 26: 968- 73.
23. CASTELLAN, C.S; BEDRAN-RUSSO, A. K; ANTUNES, A; PEREIRA, P. N. Effect of dentin biomodification using naturally derived collagen cross-linkers: one-year bond strength study. *Int J Dent* 2013; 91:800-10.
24. SANTOS, P.H; KAROL, S; BEDRAN-RUSSO, A. K. B. Nanomechanical properties of biochemically modified dentin bonded interfaces. *J Oral Rehabil* 2011; 38: 541-46.

25. MACIEL, K. T; CARVALHO, R.M ; RINGLE, R.D; RUSSEL, C.M; PASHLEY, D.H; The effects of acetone, ethanol, HEMA, and air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. *J Dent Res* 1996; 75: 1841-58.
26. BRESCHI, L; MAZZONI, A; RUGGERI, A; CADENARO, M; DI LENARDA, R; DORIGO, E. S. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater* 2008; 24: 90-101.
27. NISHITANI, Y.; YOSHIYAMA, M.; WADGAONKAR, B.; BRESCHI, L.; MANNELLO, F.; MAZZONI. Activation of gelatinolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives. *Eur J Oral Sci* 2006; 114: 160-66.
28. BOURD-BOITTIN, K; FRIDMAN, R; FANCHON, S; SEPTIER D; GOLDBERG, M; MENASHI, S. Matrix metalloproteinase inhibition impairs the processing, formation and mineralization of dental tissues during mouse molar development. *Exp Cell Res* 2005; 304: 493-505.
29. EPASINGHE, J. D; YIU, Y. K.C; , BURROW, F.M; HIRAISHI, N; , FRANKLIN RUSSELL TAY, R. F. The inhibitory effect of proanthocyanidin on soluble and collagen-bound proteases. *J Dent* 2013; 41: 832-39.
30. KIRSCHKE, H; KEMBHAVI, A.A, BOHLEY, P; BARRETT, A.J. Action of rat liver cathepsin L on collagen and other substrates. *Biochem J* 1982; 201: 367-72.
31. BROMME, D;, OKAMOTO, K;, WANG, B. B;, BIROC, S. Human cathepsin a matrix protein-degrading cysteine protease expressed in osteoclasts. *J Biol Chem* 1996; 271: 2126-32.

32. NASCIMENTO, F.D; MINCIOTTI, C.L; GERALDELI, S; CARRILHO, M.R; D.H; PASHLEY; TAY, F.R; NADER, H.B; SALO, T ;TJADERHANE, L; TERSARIOL, L. S. Cysteine cathepsins in human carious dentin. *J Dent Res* 2011; 90: 506-11.
33. SANARES, A. M.; ITTHAGARUN, A.; KING, N. M.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater* 2001; 17: 542-56.
34. SANARES, A. M.; ITTHAGARUN, A.; KING, N. M.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater* 2001; 17: 542-56.
35. BEDRAN-RUSSO, AK; PAULI, G.F, CHENB, S; MCALPINE, J; CASTELLAN, C; RASIK S. PHANSALKAR, RS, THAIANE, R. AGUIAR, TR; VIDAL, CM; NAPOTILANO, JG; NAM, J. W; LEME, AA. Dentin biomodification: strategies, renewable resources and clinical applications. *Dent Mater* 2014; 30: 62- 76.



