



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**FACULDADE DE FARMÁCIA, ODONTOLOGIA E ENFERMAGEM–FFOE**  
**DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGIA RESTAURADORA– DOR**  
**CURSO DE ODONTOLOGIA**

**NAYARA DE OLIVEIRA SOUZA**

**EFICIÊNCIA DE AGENTES NATURAIS DE BIOMODIFICAÇÃO DENTINÁRIA**  
**UTILIZADOS COMO PRÉ-TRATAMENTO DENTINÁRIO NA ADESÃO**  
**INTRARRADICULAR DE PINO DE FIBRA DE VIDRO**

**FORTALEZA**

**2017**

NAYARA DE OLIVEIRA SOUZA

EFICIÊNCIA DE AGENTES NATURAIS DE BIOMODIFICAÇÃO DENTINÁRIA  
UTILIZADOS COMO PRÉ-TRATAMENTO DENTINÁRIO NA ADESÃO  
INTRARRADICULAR DE PINO DE FIBRA DE VIDRO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Odontologia da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção da graduação no curso de Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Vicente Paulo Aragão Sabóia

Co-orientador: Prof. Dr. Victor Pinheiro Feitosa

FORTALEZA

2017

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

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

---

- S239e Souza, Nayara de Oliveira.  
Eficiência de agentes naturais de biomodificação dentinária na adesão intrarradicular de pino de fibra de vidro / Nayara de Oliveira Souza. – 2017.  
27 f. : il.
- Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem, Curso de Odontologia, Fortaleza, 2017.  
Orientação: Prof. Dr. Vicente de Paula Aragão Sabóia.  
Coorientação: Prof. Dr. Victor Pinheiro Feitosa.
1. Biomodificação Dentinária. I. Título.

CDD 617.6

---

NAYARA DE OLIVEIRA SOUZA

EFICIÊNCIA DE AGENTES NATURAIS DE BIOMODIFICAÇÃO DENTINÁRIA NA  
ADESÃO INTRARRADICULAR DE PINO DE FIBRA DE VIDRO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado  
ao curso de Odontologia da Universidade  
Federal do Ceará, como requisito parcial para  
obtenção da graduação no curso de  
Odontologia.

Aprovado em \_\_/\_\_/\_\_\_\_.

BANCA EXAMINADORA

---

Prof. Dr. Vicente Paulo Aragão Sabóia (Orientador)  
Universidade Federal do Ceará – UFC

---

Prof. Dr. Victor Pinheiro Feitosa  
Universidade Federal do Ceará – UFC

---

Prof. Me. Diego Martins de Paula  
Faculdade Paulo Picanço

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente a **Deus**, por me conceder a oportunidade de estudar na universidade que sempre sonhei, além abençoar todos os dias de minha vida.

Aos meus pais, **Luiz e Verônica**, pelo apoio financeiro e incentivo desde a infância, tornando possível meus estudos. Obrigada por colocar a educação em primeiro lugar, sem vocês certamente eu não estaria graduando.

Ao meu namorado, **Kennedy**, por acreditar no meu potencial quando até eu mesmo duvidei. Você me ensinou a enfrentar os problemas e ter auto confiança.

A **minha irmã e cunhado**, por torcerem junto comigo pelas minhas vitórias até aqui.

A minha dupla, **Luiza Clertiani**, que me ensinou a trabalhar em equipe, a compartilhar, ter respeito e humildade. Você é um exemplo de determinação e de uma pessoa de bom coração. Espero que tenha muito sucesso profissional e seja uma grande cirurgiã.

Ao meu orientador, **Victor Feitosa**, que me ajudou desde o início da graduação e me incentivou à pesquisa. Obrigada por toda atenção durante os trabalhos de congresso e jornadas odontológicas. Tenho uma admiração muito grande por você como pessoa e profissional.

Ao professor **Vicente Saboia**, por aceitar ser meu orientador desse trabalho e espero que de muitos outros que virão.

Ao **David Queiroz**, pela ajuda nas atividades do laboratório e por sempre tentar me ensinar os cálculos das soluções. Obrigada por tornar o dia mais alegre.

A **Raisa**, por ter sido minha parceira durante um mês em Pelotas. Foi muito bom trabalhar e conviver com você.

As **Lunas, Nayhara e Lucivânia**, por todas as conversas e companhia de almoço. Foram muitos momentos alegres, mesmo com as dificuldades.

Ao **Lucas Moreira**, por sempre estar a disposição em tirar dúvidas antes de provas. Seu conhecimento irá te proporcionar muitas conquistas profissionais.

Ao **projeto Rondon**, que me ensinou a trabalhar com a multidisciplinaridade. As experiências das viagens para o interior do Ceará contribuíram para minha formação pessoa e profissional.

Ao projeto **NEPE**, por todo o aprendizado em pacientes especiais durante quase toda a graduação e pela amizades que conquistei. **Angelo**, você me ensinou muito.

Ao funcionário **Nunes**, sempre solícito e disposto a ajudar os alunos. Sua forma de falar e as piadas não serão esquecidas.

A **Universidade Federal do Ceará, funcionários e docentes** desta instituição que contribuíram para minha formação.

## RESUMO

Pinos de fibra de vidro são indicados para aumentar a retenção de restaurações em dentes com estrutura fragilizada. Sua vantagem em relação a outros materiais retentores se deve ao seu módulo de elasticidade ser semelhante a dentina radicular, contudo a perda de retenção é o modo de falha predominante nesse tipo de restauração. A biomodificação de dentina corresponde a uma estratégia biométrica para melhorar as propriedades mecânicas da dentina e diminuir as taxas de biodegradação, através da formação de ligações cruzadas de colágeno. O objetivo foi avaliar os efeitos de agentes biomodificadores dentinários como pré-tratamento na cimentação de pinos de fibra de vidro. As soluções foram preparadas e os grupos foram divididos de acordo com os agentes biomodificadores: proantocianidina da semente da uva (PAC), Cardol e Cardanol (extraídos do líquido da castanha de caju) e controle negativo (sem pré-tratamento). As soluções foram aplicadas antes do sistema adesivo em 20 raízes de dentes unirradiculares (n=5) extraídos e então os pinos de fibra de vidro foram cimentados com cimento resinoso RelyX ARC (3M). As fatias para o teste de push-out foram cortadas e testadas após 24h ou 6 meses de armazenamento em água destilada. A dentina subjacente foi analisada por espectroscopia micro-Raman para avaliar a formação de ligações cruzadas de colágeno. Três fatias também foram separadas e analisado o grau de conversão (GC) “in situ” do adesivo pela redução do pico  $1639\text{ cm}^{-1}$  por espectroscopia Micro-Raman. Os resultados foram analisados com ANOVA e pós-teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). O grupo Cardol ( $15,0 \pm 0,9\text{ MPa}$ ) apresentou melhor resistência de união no teste de push-out após 6 meses de armazenamento, entretanto em 24h não houve diferença estatisticamente significativa ( $p > 0,05$ ) entre os grupos. Foi verificada a formação dos picos  $1117\text{ cm}^{-1}$  e  $1235\text{ cm}^{-1}$  referentes as ligações cruzadas em todos os grupos experimentais de forma imediata. O GC não mostrou diferença estatística entre os grupos. Portanto, os agentes biomodificadores mostram-se promissores para serem utilizados intra-canal na cimentação de pinos de fibra de vidro.

Palavras-chaves: Cimento resinoso, agentes de biomodificação, *Anacardium occidentale*.

## ABSTRACT

Glass fiber posts are indicated to increase retention of restorations on weakened teeth. Its advantage over other retentive materials is due to its modulus of elasticity being similar to root dentin, however the loss of retention is the predominant failure mode in this type of restoration. Dentin biomodification corresponds to a biomimetic strategy to improve the mechanical properties of dentin and to reduce the rates of biodegradation through the formation of crosslinkings of collagen. The objective was to evaluate the effects of agents crosslinkings as a pretreatment in glass fiber post cementation. The solutions were prepared and the groups were divided according to the biomodification agents: proanthocyanidin from grape seed (PAC), Cardol and Cardanol (extracted from cashew nut shell liquid) and negative control (no pre treatment). The solutions were applied before the adhesive system on 20 roots of unirradicular ( $n = 5$ ) extracted teeth and then the glass fiber post were cemented with RelyX ARC (3M) resin cement. Slices for the push-out test were cut and tested after 24h or 6 months of storage in distilled water. The underlying dentin was analyzed by micro-Raman spectroscopy to evaluate the formation of collagen crosslinking. Three slices were also separated and the degree of in situ conversion (GC) of the adhesive was analyzed by the reduction of the  $1639\text{ cm}^{-1}$  peak by Micro-Raman spectroscopy. The results were analyzed with ANOVA and Tukey test ( $p < 0,05$ ). The Cardol group ( $15.0 \pm 0.9\text{ MPa}$ ) presented better bond strength in the push-out test after 6 months of storage, however in 24h there was no statistically significant difference ( $p > 0.05$ ) between the groups. The peak formation of  $1117\text{cm}^{-1}$  and  $1235\text{cm}^{-1}$  crosslinked peaks was verified in all experimental groups at 6 months. The GC showed no statistical difference between the groups. Therefore, the biomodifying agents are shown to be promising to be used intra-channel in glass fiber post cementation.

Keywords: resin cement, biomodification agents, *Anacardium occidentale*.

## LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Resultado da resistência de união à dentina por teste de push-out (MPa)	18
Gráfico 2 - Grau de conversão “in situ” do adesivo (%)	19
Gráfico 3 - Análise da formação de ligação cruzada de colágeno na dentina radicular	19

## **LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 - Grupos experimentais	15
Tabela 2- Resultado da média de resistência de união à dentina e desvio padrão por teste de push-out (MPa)	18

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

LCC Líquido da casca da castanha de caju

MMP Metaloproteinases de Matriz

MPa Megapascal

NaCl Cloreto de Sódio

PAC Proantocianidina

SBM Scotchbond Multi-Purpose

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>10</b>
<b>2. OBJETIVOS.....</b>	<b>13</b>
<b>2.1 OBJETIVO GERAL.....</b>	<b>13</b>
<b>2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO.....</b>	<b>13</b>
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>14</b>
<b>4. RESULTADO.....</b>	<b>18</b>
<b>5. DISCUSSÃO.....</b>	<b>20</b>
<b>6. CONCLUSÃO.....</b>	<b>22</b>
<b>7. REFERÊNCIAS.....</b>	<b>23</b>
<b>8. APÊNDICE A.....</b>	<b>27</b>

## 1. INTRODUÇÃO

Pinos de fibra de vidro são indicados para aumentar a retenção de restaurações em dentes com estrutura fragilizada, sendo utilizados após tratamento endodôntico (SHAFIEI et al., 2017). Sua vantagem em relação a pinos metálicos se deve pelo módulo de elasticidade ser semelhante a dentina radicular (20 GPa), minimizando a concentração de tensões, conseqüentemente a possibilidade de fratura vertical da raiz (WANG et al., 2013; CECCHIN et al., 2015). Além disso, são materiais biocompatíveis, resistentes à corrosão e compressão e de estética favorável. (PARLAR, SECILMIS, AYDIN, 2017). Porém, apesar das vantagens, a adesão a dentina radicular é mais desafiadora do que a dentina coronária (FERRARI et al., 2000). Um dos motivos está relacionado à morfologia e composição da dentina radicular, tendo um número maior de túbulos dentinários, o que reduz em área a formação da camada híbrida (BITTER et al., 2014; FERRARI et al., 2000).

A dentina é um tecido conjuntivo mineralizado, apresentando em sua composição aproximadamente 70% de matéria inorgânica, 10% de água e 20% de matriz extracelular orgânica. Essa última é composta principalmente por fibras colágenas tipo I, além de proteínas não colágenas como proteoglicanas e proteases endógenas, tais como metaloproteinases de matriz (MMPs) e cisteína-catepsinas (BEDRAN-RUSSO et al., 2014; GOLDBERG et al., 2011). Devido a sua natureza mais complexa se comparada ao esmalte, apresentando menor conteúdo mineral, de natureza heterogênea e intrinsecamente úmida (VAN MEERBEECK et al., 2003), ainda é um desafio alcançar uma adesão duradoura dos materiais restauradores.

O conceito de camada híbrida ou zona de interdifusão encontra-se consolidado na literatura como o mecanismo básico da união dos materiais restauradores à estrutura dentária. Nos sistemas adesivos de condicionamento total a formação da camada híbrida é resultante da remoção superficial de íons fosfato de cálcio e posterior infiltração dos monômeros resinosos no interior das microporosidades criadas. Já nos sistemas adesivos autocondicionantes, os monômeros ácidos infiltram à medida que condicionam a dentina (NAKABAYASHI et al., 1968; VAN MEERBEECK et al., 1993).

Embora a desmineralização da dentina proporcione uma resistência de união inicial satisfatória, essa adesão diminui de 36-70% entre 12 e 14 meses, reduzindo a longevidade das restaurações de resina composta (CARRILHO, et al., 2007). Esse fato tem sido atribuído principalmente à degradação da camada híbrida na interface dentina/resina como resultado da

degradação hidrolítica do adesivo resinoso e da proteólise das fibrilas colágenas (CARRILHO et al., 2007; BRESCHI et al., 2008; DE MUNCK et al., 2009).

Portanto, uma das estratégias utilizadas para melhorar a longevidade das restaurações adesivas tem sido o uso de inibidores da atividade enzimática, que vêm demonstrando resultados promissores (SANTIAGO et al., 2013). Além disso, outros métodos têm sido propostos para melhorar as propriedades mecânicas da interface de união como o reforço das propriedades do substrato, conhecido como biomodificação dentinária (PASHLEY et al., 2014). Esta nova abordagem da Odontologia restauradora utiliza agentes biomodificadores naturais (BEDRAN-RUSSO et al., 2014; MOREIRA et al., 2017) ou sintéticos, proporcionando o aumento da densidade de ligações cruzadas de colágeno para melhorar as propriedades mecânicas da dentina e diminuir as taxas de biodegradação (BEDRAN-RUSSO et al., 2014). Tal estratégia biomimética reduz a penetração de água na camada híbrida, além de diminuir a mobilidade molecular das MMPs e inativar seus sítios catalíticos, aumentando, conseqüentemente, a longevidade das restaurações adesivas (PASHLEY et al., 2011).

O Glutaraldeído é um agente biomodificador sintético com alta afinidade ao radical da amina primária dos aminoácidos, demonstrando aumento da resistência à tração e módulo de elasticidade. Porém, possui efeito citotóxico, inviabilizando o seu uso (PASHLEY et al., 2011). A proantocianidina (PAC) é um composto polifenólico natural extraído principalmente da semente da uva (*Vitis Vinifera*), mas também pode estar presente no cacau (*Theobroma cacao*), chá verde (*Camellia sinensis*), Aroeira (*Myracrodruon urundeuva*), vegetais e flores, apresentando diversas propriedades biológicas, como potencial antioxidante, anti-inflamatório e antimicrobiano (PASHLEY et al., 2014). Essa substância é capaz de aumentar a densidade de ligações cruzadas de colágeno, bem como inibir enzimas colagenolíticas (BEDRAN-RUSSO et al., 2014). Porém, diante de tantas vantagens, clinicamente a PAC demonstrou manchar o substrato dental (PASHLEY et al., 2014).

Diante disso, surgiu a necessidade de testar outras substâncias naturais com propriedades semelhantes. Um estudo recente demonstrou que a dentina tratada com as substâncias extraídas da planta *Anacardium Occidentale* apresentaram propriedades mecânicas superiores as PAs quando testado em colágeno desmineralizado (MOREIRA et al., 2017). O processamento industrial para produção de suas nozes produz o líquido da casca da castanha de caju (LCC), que após o processo de torrefação, tem em sua composição cerca de 60% de Cardanol, 20% de Cardol e 10% de material polimérico (BARRETO et al., 2012). A utilização

do LCC como base para a produção de novos produtos é uma estratégia promissora devido ao seu baixo custo de produção com potencial para fornecer produtos de alto valor agregado, além de ser considerado um subproduto do agronegócio de caju (BARRETO et al., 2012; MAZETTO et al., 2009). A região nordeste do Brasil, principalmente o estado do Ceará, possui o maior número de indústrias de beneficiamento da castanha (MAZETTO et al., 2009).

O cardol e cardanol apresentaram bons resultados na literatura atual com potencial para aumentar a resistência à biodegradação e módulo de elasticidade do colágeno em um tempo clínico viável, sendo considerados potenciais agentes de biomodificação dentinária. Um estudo prévio mostrou um aumento na rigidez do colágeno em até 338% quando aplicado em dentina desmineralizada durante 60 segundos (MOREIRA et al., 2017). A estrutura química dessas substâncias são similares, formadas por cadeias longas de carbono insaturados com hidroxila no anel aromático, responsável pela indução da ligação cruzada de colágeno (BARRETO et al., 2012). Quanto à cor dos produtos, ainda que o Cardol e Cardanol obtidos na forma pura sejam óleos escuros, após a transformação em solução, tornam-se transparentes, não pigmentando o substrato dental (MOREIRA et al., 2017).

## **2.OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

Avaliar os efeitos dos agentes biomodificadores Proantocianidina 6,5%, Cardol e Cardanol 2% aplicados como solução de pré-tratamento dentinário na cimentação adesiva de pino de fibra de vidro.

### **2.2 Objetivos Específicos**

- Avaliar “*in vitro*” a resistência de união da cimentação de pino de fibra de vidro à dentina radicular após a aplicação de pré-tratamento dentinário com as soluções de Proantocianidina 6,5%, Cardol e Cardanol 2%, através de teste push-out (após 24 horas e 6 meses de armazenamento).
- Avaliar “*in situ*” a capacidade dos agentes biomodificadores testados realizar ligações cruzadas de colágeno em dentina ao serem aplicados como solução de pré-tratamento.
- Avaliar o grau de conversão “*in situ*” do adesivo ao utilizar as soluções biomodificadoras como pré-tratamento dentinário.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Preparo das Soluções

O Cardol e Cardanol foram obtidos a partir do líquido da casca de castanha de caju (LCC) fornecido pela indústria Amendoas do Brasil LTDA (Fortaleza, Brasil), separados por uma metodologia descrita por Lomonaco et al., 2013. As substâncias também foram caracterizadas por cromatografia gasosa/espectrometria de massa e ressonância magnética nuclear  $^1\text{H}$  (RMN) para garantir sua pureza.

As substâncias foram diluídas em uma solução hidroetanólica na razão de volume 1:1 em uma concentração de 2% em peso como descrito por Moreira et al., 2017. A utilização de uma solução etanol/água foi necessária para dissolução do Cardanol, uma vez que este possui baixa solubilidade em meio hidrolítico. Para atingir essa concentração foi pesado 0,2g de Cardol e Cardanol através de uma balança de precisão (Shimadzu, modelo Auw220D, Japão) e diluído em 10ml de água/etanol. Em seguida, foram colocados em um agitador magnético (Marconi, modelo, MA 085/CT, São Paulo, Brasil) por 2 minutos.

A solução de proantocianidina foi preparada após a dissolução de 6,5% do extrato de semente de uva (*Vitis vinifera*, Meganatural Gold, Madera, CA, EUA) em água destilada de acordo com Cecchin et al., 2015, posteriormente levada a um agitador magnético por 5 min a 25 °C. Ao final, foi realizada uma dupla filtragem. Uma solução hidrotetanólica foi utilizada para padronizar a dissolução dos agentes.

#### 3.2 Preparo das amostras

Para o estudo foram utilizados 20 dentes humanos unirradiculares extraídos após a aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal do Ceará (protocolo 1482602) e obtidos segundo o termo de doação de dentes humanos (apêndice A). Foi realizado um corte abaixo da junção cimento-esmalte perpendicular ao eixo longitudinal do dente para remoção da porção coronária. Os cortes foram realizados através de um disco diamantado em uma máquina sob refrigeração de água constante (Isomet Buehler, Lake Bluff, IL). Posteriormente, o tecido pulpar e a pré-dentina foram removidas, através da ampliação dos canais radiculares utilizando as limas de calibre # 15, # 20, # 25 e # 30 (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça), seguida da broca largo # 1, # 2 e # 3 (Dentsply Maillefer). Ao final, os

condutos radiculares foram lavados com 5 ml de solução de cloreto de sódio 0,9% (NaCl) para remover resíduos da instrumentação. A extremidade apical (1mm) não foi instrumentada para evitar a extrusão de soluções e cimento resinoso. Os grupos foram divididos como mostra abaixo:

Tabela 1: Grupos experimentais

<b>Grupos</b>	<b>Tratamento Dentinário</b>
Controle Negativo	Água Destilada
Proantocianidina	Solução de PAC 6,5%
Cardol	Solução de Cardol 2%
Cardanol	Solução de Cardanol 2%

### 3.3 Procedimento de adesão intracanal

Após o corte e instrumentação dos dentes, foi realizado condicionamento do canal radicular com ácido fosfórico 37% (FBM, Joinville, SC, Brasil) durante 15 segundos e lavado com água destilada por 30 segundos, depois secado com cone de papel absorvente. Em seguida, aplicado o agente de biomodificação Cardol, Cardanol ou PAC, utilizando uma pipeta volumétrica digital durante um período de 3 minutos. Após uma nova secagem do canal radicular, foi aplicado o ativador, primer e *bond* do sistema adesivo convencional Scotchbond Multi-Purpose (SBMP)(3M/ESPE, St, Paul, MN, EUA). Posteriormente, foi utilizado o cimento resinoso dual Relyx ARC (3M/ESPE, St, Paul, MN, EUA), sendo este misturado e injetado no canal radicular através de uma seringa Centrix (Nova DFL, Jacarepáguar, Rio de Janeiro, Brasil) empregando uma agulha apropriada (20-G). Imediatamente, o pino de fibra de vidro de diâmetro número 1 (Exacto, Angelus, Londrina, PR, Brasil) foi coberto com cimento, assentado no canal radicular e mantido sob pressão digital por 20 segundos, removendo-se o excesso. Logo em seguida, foi realizada a fotoativação durante 30 segundos em cada um dos lados (mesial, distal, vestibular, lingual/palatino), totalizando um ciclo de polimerização de 2 minutos. As amostras foram armazenadas por 24 horas e seis meses em água destilada à 37°.

### 3.4 Teste de Push-out:

A porção radicular foi cortada horizontalmente com distanciamento de 1mm entre cada seção através de uma máquina de corte (Isomet Buehler, Lake Bluff, IL) com disco diamantado sob refrigeração de água constante. Foram obtidos 6 fatias de 1mm de espessura por dente sendo

excluída aquela próxima à junção amelo-cementária. Assim, 05 fatias foram testadas (n= 5). O teste de push-out foi realizado de acordo com Cecchin et al., 2015.

O teste de push-out foi realizado utilizando uma máquina universal de ensaios EMIC (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil), aplicando uma carga de 500N a uma velocidade de 0,5 mm / min, no sentido do ápice radicular em direção a coroa, até que o pino de fibra de vidro fosse deslocado. A ponta de punção foi centralizada no canal radicular para entrar em contato com apenas o pino/cimento, não forçando as paredes circundantes do canal radicular.

A resistência de união foi expressa em Megapascal (MPa), para isso a carga no momento da falha registada em Newtons foi dividida pela área (mm<sup>2</sup>) da interface pino-dentina. Para calcular a área, utilizou-se a fórmula  $\pi(R + r)[h^2 + (R - r)^2]^{0,5}$ , onde R representa o raio maior, r o raio menor e h é a espessura da fatia. As espessuras das amostras foram medidas utilizando um paquímetro digital (Mitutoyo Corporation, Kawasaki, Japão).

O modo de fratura foi analisado em lupa estereoscópica (Stereo Zoom Leica S8 APO, Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha) com um aumento de 60x. As fraturas foram classificadas em adesiva, coesiva em dentina, coesiva em cimento resinoso e mista.

### **3.5 Espectroscopia Micro-Raman**

As fatias restauradas com pino de fibra de vidro foram analisadas de forma imediata (24 horas) através de um espectrofotômetro Micro-Raman (Xplora, Horiba JobinYvon, Paris, França), calibrado inicialmente a zero, utilizando uma amostra padrão de silício fornecida pelo fabricante. A configuração do equipamento foi o laser HeNe com potência de 3.2mW, comprimento de onda 633nm e lente de ampliação em 100X (Olympus, London, UK). A formação da ligação cruzada de colágeno foi avaliada na dentina subjacente a camada híbrida, utilizando a faixa de 700-1800cm<sup>-1</sup> para pesquisar picos e 1117cm<sup>-1</sup> e 1235 cm<sup>-1</sup> para ombros, de acordo com Moreira, et al., 2017. Foi utilizado um número de 03 amostras para cada grupo (n=3).

### **3.6 Grau de Conversão do adesivo**

O grau de conversão do adesivo foi analisado utilizando Espectrofotômetro Micro-Raman (Xplora, Horiba JobinYvon, Paris, France) calibrado inicialmente a zero, utilizando uma amostra padrão de sílica fornecida pelo fabricante. A análise foi realizada de acordo com o protocolo descrito por Milett et al., 2012. O grau de conversão foi determinado através da redução das

duplas ligações alifática dos grupos vinílicos metacrilato no pico  $1635\text{ cm}^{-1}$ . Foi utilizado um número de três amostras por grupo ( $n=3$ ).

### **3.7 Análise Estatística**

Todos os dados obtidos foram tabelados e passaram pelo teste de normalidade. Os valores foram submetidos à análise estatística com ANOVA dois fatores (agente biomodificador utilizado e o tempo de armazenamento) e pós-teste de Tukey ( $p<0,05$ ).

#### 4. RESULTADOS

A análise por meio de ressonância magnética nuclear mostrou que o Cardol e Cardanol utilizados apresentaram 99,8% de pureza. Os valores obtidos da resistência de união ao push-out (MPa) e desvio padrão são mostrados na tabela e gráfico abaixo:

Tabela 2. Resultado da média de resistência de união à dentina e desvio padrão por teste de push-out (MPa)

	CONTROLE	PAC	CARDOL	CARDANOL
<b>24 horas</b>	9,23 (2,37) A,a	8,05(5,13)A,a	8,44(3,95)A,b	8,11(2,77)A,a
<b>06 meses</b>	6,63(2,81)B,a	9,93(2,44)B,a	15,06(2,87)A,a	7,95(2,22)B,a

\*Letras maiúsculas diferentes em linha e minúsculas diferentes em coluna indicam diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ).

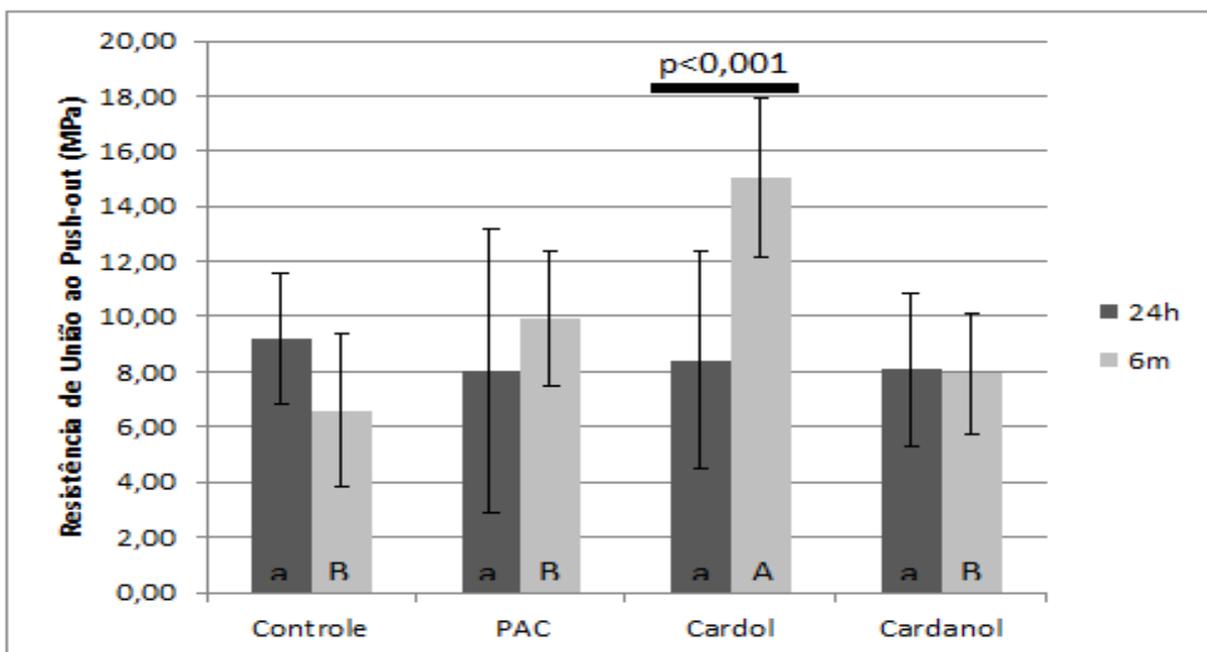
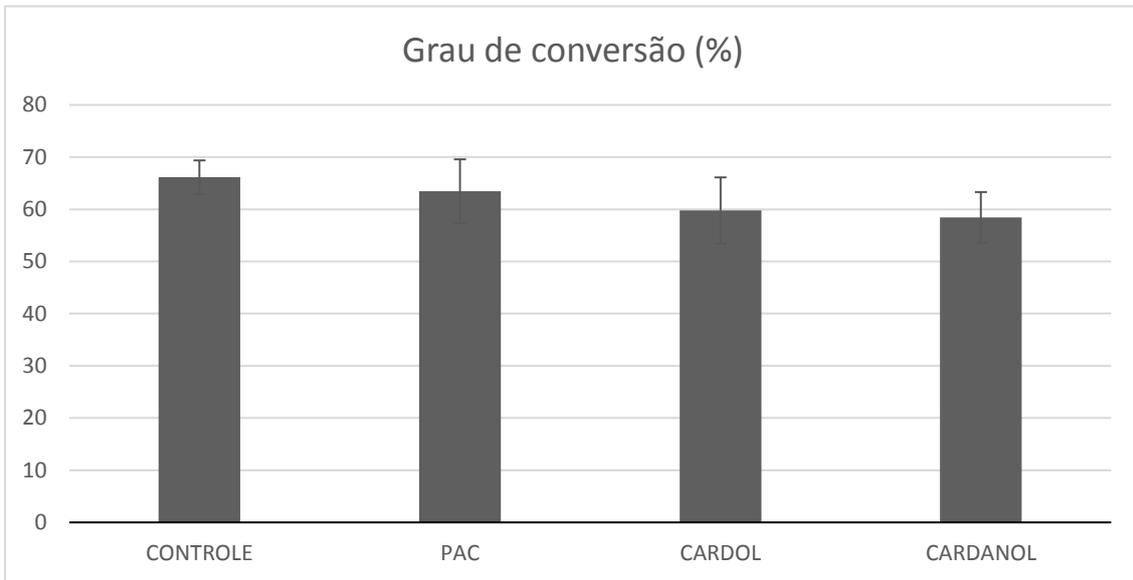


Gráfico 1. Resultado da resistência de união à dentina por teste de push-out (MPa)

No teste de push-out não houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos após 24 horas de armazenamento ( $p < 0,05$ ). Entretanto, após 06 meses de envelhecimento, o grupo Cardol apresentou a maior resistência de união à dentina (aumento médio de 116% comparado ao teste imediato) e foi estatisticamente diferente de todos os outros grupos. Além disso, o grupo controle, PAC e Cardanol não diminuíram a resistência de união.

Na análise do grau de conversão do adesivo por espectroscopia de Micro-Raman foi observado que não houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos ( $p < 0,05$ ), como mostrado no gráfico 2.

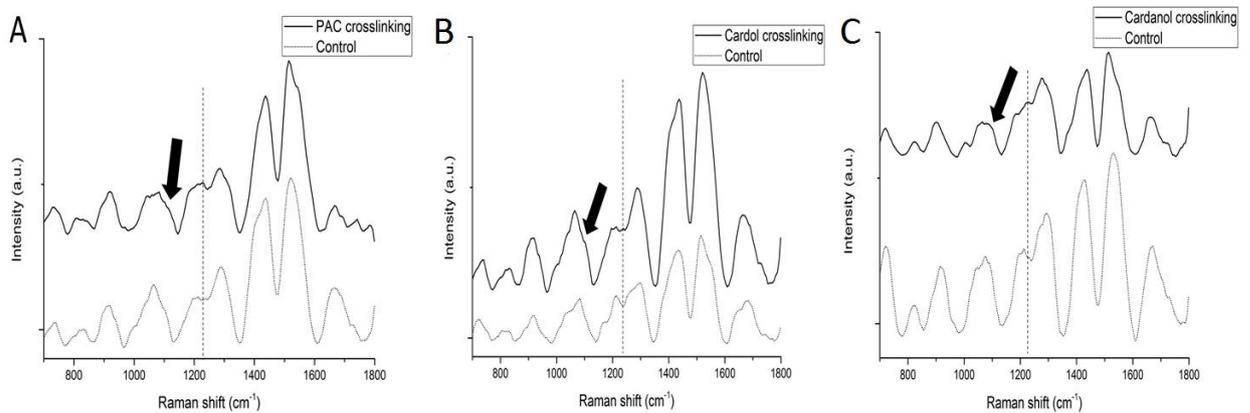
Gráfico 2. Grau de conversão do adesivo (%)



\*Não houve diferença estatística entre os grupos ( $p > 0,05$ ).

As ligações cruzadas de colágeno na dentina subjacente a interface de união foram observadas nos grupos PAC 6,5%, Cardol 2% e Cardanol 2%, através da formação do pico  $1235 \text{ cm}^{-1}$  e ombro  $1117 \text{ cm}^{-1}$ , diferente do grupo controle.

Gráfico 3. Análise da formação de ligação cruzada de colágeno na dentina radicular.



## 5. DISCUSSÃO

A presença de água residual na dentina radicular, ao utilizar um sistema adesivo de condicionamento total, pode causar a degradação da interface de união. Isso se deve pela presença de água residual nos túbulos dentinários que não é completamente eliminada pela secagem do canal radicular com papel absorvente (REIS et al., 2011), causando a degradação hidrolítica dos componentes resinosos por sorção de água e perda enzimática do colágeno presente na camada híbrida (DE MUNCK et al., 2009). A biomodificação dentinária aumenta a adesão da resina à dentina ao criar uma rede de colágeno resistente à degradação e estável ao longo do tempo, tornando o substrato mais ideal para infiltração dos monômeros resinosos em restaurações adesivas (BEDRAN-RUSSO et al., 2014). Além de melhorar as propriedades mecânicas do colágeno desmineralizado, os agentes *crosslinkings* diminuem os locais de clivagem das MMPs ao realizar eficazes ligações cruzadas de colágeno, reduzindo a biodegradação das fibras colágenas (PASHLEY et al., 2011).

Os resultados obtidos mostraram que não houve diferenças estatísticas entre os grupos no teste de resistência de união ao push-out em 24 horas, fato este que pode ser explicado pela utilização do SBMP, um sistema adesivo de condicionamento total de três passos padrão ouro para adesão de pinos intrarradiculares (BERGOLI et al., 2012). Contudo, houve diferença estatística no grupo Cardol após 6 meses de armazenamento, com aumento da resistência de união à dentina radicular. Isto se deve à propriedade hidrofóbica dessa substância que demora maior tempo para interagir com o colágeno da dentina radicular, uma vez que esta última possui natureza mais úmida e com maior densidade de túbulos dentinários que a dentina coronária, reduzindo a velocidade de formação das ligações cruzadas de colágeno. O melhor desempenho do Cardol na resistência de união é justificado pela presença de duas hidroxilas na estrutura química dessa substância como explicado por Moreira et al., 2017, confirmando os resultados do seu estudo, que mostrou o Cardol com melhor potencial biomodificador. Ressaltamos que o presente trabalho é o primeiro a demonstrar os efeitos do Cardol na estabilidade da adesão de pinos de fibra de vidro à dentina radicular.

A limitação do estudo compreende ao tempo de armazenamento das amostras. O envelhecimento dos espécimes durante 1 ou 2 anos, ocasionaria uma maior degradação do adesivo, o que tornaria mais evidente as diferenças entre o grupo controle negativo e os agentes biomodificadores testados, permitindo que os efeitos positivos do uso de *crosslinkings* fossem mais notáveis. Os três agentes biomodificadores foram capazes de realizar ligação cruzada de colágeno em dentina como mostrado no gráfico da análise em Micro-raman. Porém, sugere-se

que o Cardol tenha realizado um maior número de ligações cruzadas de colágeno, o que poderia justificar o aumento da resistência de união à dentina.

Os resultados deste estudo mostram melhores resultados para o grupo Cardol, que aumentou a resistência de união após 6 meses de envelhecimento. No entanto, os outros agentes *crosslinkings* testados foram capazes de estabilizar a resistência de união sem alterar o grau de conversão do sistema adesivo utilizado. Contudo, como observado por Moreira et al., 2017, a solução escura da PAC pigmenta de marrom o colágeno desmineralizado, sendo um grande problema para a dentina coronária, mas não é tão significativa para a radicular. Além disso, a PAC possui propriedade antioxidante, o que pode interferir negativamente na polimerização do adesivo (LIU e WANG, 2013), sendo necessário avaliar tal efeito.

Baseado nos resultados do grau de conversão do adesivo, os agentes de ligação cruzada de colágeno testados não influenciaram na transformação dos monômeros em polímeros (gráfico 2). No caso da PAC, isso se deve provavelmente pela utilização de um sistema adesivo padrão ouro de três passos, que possui maior grau de conversão, o que poderia não ocorrer ao utilizar um outro sistema adesivo.

## **6. CONCLUSÃO**

Em conclusão, os agentes biomodificadores testados podem ser utilizados como solução de pré-tratamento dentinário na cimentação de pinos de fibra de vidro. O Cardol obteve os melhores resultados na preservação da resistência de união à dentina, sendo seu uso promissor para aumentar a longevidade das restaurações adesivas.

## REFERÊNCIAS

- AL-AMMAR, A.; DRUMMOND, J.L.; BEDRAN-RUSSO, A.K. The use of collagen cross-linking agents to enhance dentin bond strength. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.**, Hoboken, vol. 91, n. 1, p. 419-424, out. 2009.
- BARRETO, A.C.H.; MAIA, F.J.N.; SANTIAGO, V.R.; RIBEIRO, V.G.P.; DENARDIN, J.C.; MELE, G.; CARBONE, L.; LOMONACO, D.; MAZETTO S.E.; FECHINE, P.B.A. Novel ferrofluids coated with a renewable material obtained from cashew nut shell liquid. **J Microfluid Nanofluid.**, vol 12, n.5, p.677-686, nov. 2012.
- BEDRAN-RUSSO, A.K.; CASTELLAN, C.S.; SHINOHARA, M.S.; HASSAN, L.; ANTUNES, A. Characterization of biomodified dentin matrices for potential preventive and reparative therapies. **Acta Biomater.**, Kidlington, vol.7, n. 4, p. 1731-1741, abr. 2011.
- BEDRAN-RUSSO, A.K.; PAULI, G.F; CHEN, S.; MCALPINE, J.; CASTELLAN, C.S; PHANSALKAR, R.S.; AGUIAR, T.R.; VIDAL, C.M.; NAPOTILANO, J.; NAM, J.; LEME, A. Dentin biomodification: strategies, renewable resources and clinical applications. **Dent Mater.**, Copenhagen, vol. 30, n. 1, p. 62-76, jan. 2014.
- BEDRAN-RUSSO, A.K.; RAVINDRAN, S.; GEORGE A. Imaging analysis of early DMP1 mediated dentin remineralization. **Arch Oral Biol.**, Oxford, vol. 58, n. 3, p. 254-260, mar. 2013.
- BERGOLI, C. D.; AMARAL, M.; BOARO, L.C.C.; BRAGA, R.R.; VALANDRO L.F. Fiber post cementation strategies: effect of mechanical cycling on push-out bond strength and cement polymerization stress. **J adhes Dent.**, vol 14, n. 5, 471-478, out. 2012.
- BITTER, K.; GLÄSER, C.; NEUMANN, K.; BLUNCK, U.; FRANKENBERGER, R. Analysis of resin-dentin interface morphology and bond strength evaluation of core materials for one stage postendodontic restorations. **PLoS One**, v. 9, n. 2, p. 862-94, Feb, 2014.

BRACKETT, W.W.; ITO, S.; TAY, F.R.; HAISCH, L.D.; PASHLEY, D.H.  
 Microtensile dentin bond strength of self-etching resins: effect of a hydrophobic layer.  
**Operative Dentistry**, vol. 30, n.6, p. 733-738, nov. 2005.

BRESCHI, L.; MAZZONI A.; RUGGERI A.; CADENARO M.; LENARDA R.D.;  
 DORIGO, E.D.S. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface.  
**Dent Mater.**, Copenhagen, v. 24, n. 1, p. 90-101, jan. 2008.

CARRILHO, M.R.O.; GERALDELI, S.; TAY, F.; DE GOES, M.F.; CARVALHO,  
 R.M.; TJÄDERHANE, L.; REIS, A.F.; HEBLING, J.; MAZZONI, A.; BRESCHI, L.;  
 PASHLEY, D.H. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. **J Dent  
 Res.**, vol 86, n. 6 , p. 529-533, jun. 2007.

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.**, Cairo, vol, 2013. 2013.

CECCHIN, D.; PIN, L.C.; FARINA, A.P.; SOUZA, M.; Vidal C.D.M.P.; Dal Bello, Y.;  
 BEDRAN-RUSSO, A. Bond strength between fiber posts and root dentin treated with  
 natural cross-linkers. **J Endod.**, vol 41, n. 10, p.1667-71, out. 2015.

DE MUNCK, J; VAN DEN STEEN, P.E, MINE, A; VAN LANDUYT K.L;  
 POITEVIN, A; OPDENAKKER, G; VAN MEERBEEK B. Inhibition of enzymatic  
 degradation of adhesive-dentin interfaces. **J Dent Res.**, v. 88, n.12, p.1101-6, Dec,  
 2009.

FEITOSA, V.P.; SAURO, S.; OGLIARI, F.A.; OGLIARI, A.O.; YOSHIHARA, K.;  
 ZANCHI, C.H.; CORRER-SOBRINHO, L.; SINHORETI, M.A.; CORRER, A.B.;  
 WATSON, T.F.; VAN MEERBEEK, B. Impact of hydrophilicity and length of spacer  
 chains on the bonding of functional monomers. **Dent Mater.**, Copenhagen, vol. 30, n.  
 12, p. e317-323, dez. 2014.

FERRARI, M.; VICHI A.; MANNOCCI, F.; MASON, P.N. Retrospective study of the  
 clinical performance of fiber posts. **Am J Dent.**, vol 13, p. b9-b13, mai. 2000.

GOLDBERG, M.; KULKARNI, A.B.; YOUNG, M.; BOSKEY, A. Dentin: structure, composition and mineralization: the role of dentin ecm in dentin formation and mineralization. **Front Biosci** (Elite Ed)., Searington, vol. 1, n. 3, p. 711-735, jan. 2011.

HASS, V.; LUQUE-MARTINEZ, I.V.; GUTIERREZ, M.F.; MOREIRA, C.G.; GOTTI, V.B.; FEITOSA, V.P.; KOLLER, G.; OTUKI, M.F.; LOGUERCIO, A.D.; REIS, A. Collagen cross-linkers on dentin bonding: Stability of the adhesive interfaces, degree of conversion of the adhesive, cytotoxicity and in situ MMP inhibition. **J Dental Mater.**, Ponta Grossa, vol. 32, n.6, p. 732-741, jun. 2016.

LIU, R.R.; FANG, M.; ZHANG, L.; TANG, C.F.; DOU, Q.; CHEN, J.H. Anti-proteolytic capacity and bonding durability of proanthocyanidin-biomodified desmineralized dentin matrix. **Int J Oral Sci.**, Chengdu, vol. 6, n.3, p. 168-174, set. 2014.

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

LOMONACO, D.; MAIA, F.J.N.; MAZZETTO, S.E. Thermal evaluation of cashew nutshell liquid as new bioadditives for poly(methylmethacrylate). **J Therm Anal Calorim.**, Budapest, vol. 111, p. 619-626, 2013.

MAZZETTO, E.S.; LOMONACO, D.; MELE, G. Óleo da castanha de caju: oportunidades e desafios no contexto do desenvolvimento e sustentabilidade industrial. **Quim. Nova**, Vol. 32, n. 3, p. 732-741, maio 2009.

MOREIRA, M.A.; SOUZA, N.O.; SOUSA, R.S.; FREITAS, D.Q.; LEMOS, M.V.; DE PAULA, D.M.; MAIA, F.J.N.; LOMONACO, D.; MAZZETTO, S.E.; FEITOSA, V.P. Efficacy of new natural biomodification agents from Anacardiaceae extracts on dentin collagen cross-linking. **Dent Mater.**, Copenhagen, pii: S0109-5641(17)30320-2, jul. 2017

NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mater Sci.**, vol. 16, n. 3, p. 265-73, may. 1982.

OGLIARI, F.A.; ELY, C.; LIMA, G.S.; CONDE, M.C.M.; PETZHOLD, C.L.; DEMARCO, F.F, et al. Onium salt reduces the inhibitory polymerization effect from anorganic solvent in a model dental adhesive resin. **J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater**. Vol 86B, n.1, p. 113-118, jul. 2008.

PARLAR O.Z.; SECILMIS, A.; AYDIN, C. Effect of Laser Etching on Glass Fiber Posts Cemented with Different Adhesive Systems. **Photomed Laser Surg**, out, 2017.

PASHLEY, D. H.; SCHEFFEL, D.L.S.; HEBLING, J.; SCHEFFEL, R.H.; AGEE, K.; TURCO, G. Inactivation of Matrix-bound Matrix Metalloproteinases by Cross-linking Agents in Acid-etched Dentin. **Operative Dentistry**, Augusta, vol 39, n. 2, p. 152-158, 2014.

PASHLEY, D.H.; TAY, F.R.; BRESCHI, L.; TJÄDERHANE, L.; CARVALHO, R.M.; CARRILHO, M.; TEZVERGIL-MUTLUAY, A. State of the art etch-and-rinse adhesives. **Dent Mater.**, Copenhagen, vol. 27, n. 1, p. 1-16. jan. 2011.

PASHLEY, D.H.; TAY, F.R.; YIU C.; HASHIMOTO M.; BRESCHI L.; CARVALHOR.M.; ITO S. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. **J Dent Res**, Augusta., vol 83, n.3, p.216–221, mar. 2004.

SANTIAGO, S.L.; NERI, J.R.; TOLEDANO, M. Effect of the Flavonoid Epigallocatechin-3-Gallate on Resin-Dentin Bond Strength. **J Adhes Dent**, Fortaleza, vol. 15, n. 6, p. 535-40, dez. 2013.

SHAFIEI, F.; MEMARPOUR, M.; VAFAMAND, N.; MOHAMMADI M. Effect of antibacterial/adhesive approaches on bonding durability of fiber posts cemented with self-etch resin cement. **J Clin Exp Dent.**, vol. 9, n. 9, p. 1096-102, agos. 2017.

TAY, F.R.; PASHLEY, D.H.; YOSHIYAMA, M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. **J Dent Res.**, Chicago, vol. 81, n. 7, p. 472-476, jul. 2002.

VAN MEERBEEK, B.; DE MUNCK, J.; YOSHIDA, Y.; INOUE, S.; VARGAS, M.; VIJAY, P.; VAN LANDUYT, K.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Oper Dent.**, vol 28, n. 3, p. 215-35, jun. 2003.

VAN MEERBEEK, B.; DHEM, A.; GORET-NICAISE, M.; BRAEM, M.;  
LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Comparative SEM and TEM examination of the  
ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. **Journal of Dentistry Research**, v.  
72, n. 2, p.495-501, Feb, 1993.

WANG, L.; PINTO, T.A.; SILVA, L.M.; ARAÚJO, D.F.G.; MARTINS, L.M.;  
HANNAS, A.R.; PEDREIRA, A.P.R.V.; FRANCISCONI, P.A.S.; HONÓRIO, H.M.  
Effect of 2% chlorhexidine digluconate on bond strength of a glass-fibre post to root  
dentine. **J Endod**, Oxford, vol 46, n. 9, p. 847-54, feb. 2013.

## APÊNDICE A- TERMO DE DOAÇÃO DE DENTES

### TERMO DE DOAÇÃO DE DENTES HUMANOS

Eu, \_\_\_\_\_, portador do RG \_\_\_\_\_, inscrito no CRO \_\_\_\_\_, residente à (Rua, Avenida) \_\_\_\_\_, nº \_\_\_\_\_, bairro \_\_\_\_\_ na cidade de \_\_\_\_\_, Estado \_\_\_\_\_, CEP \_\_\_\_\_ telefone \_\_\_\_\_, concordo em doar de forma voluntária \_\_\_\_\_ dentes para realização da pesquisa intitulada **EFICIÊNCIA DE AGENTES NATURAIS DE BIOMODIFICAÇÃO DENTINÁRIA UTILIZADOS COMO PRÉ-TRATAMENTO NA ADESÃO INTRARRADICULAR DE PINO DE FIBRA DE VIDRO**. Declaro que estes dentes foram extraídos por indicação terapêutica. Estou ciente que serão utilizados por alunos e pesquisadores da Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem da Universidade Federal do Ceará para realização de pesquisas.

\_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de 20\_\_\_\_.

\_\_\_\_\_  
Assinatura do doador