



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**FACULDADE DE FARMÁCIA, ODONTOLOGIA E ENFERMAGEM - FFOE**  
**CURSO DE ODONTOLOGIA**

**LUCAS RODRIGUES SOARES**

**INFLUÊNCIA DO USO DE PROANTOCIANIDINA NO PROTOCOLO DE ADESÃO  
DE UM SISTEMA ADESIVO COMERCIAL: AVALIAÇÃO DO GRAU DE  
CONVERSÃO E DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO RESINA/DENTINA**

**FORTALEZA-CE**

**2017**

LUCAS RODRIGUES SOARES

INFLUÊNCIA DO USO DE PROANTOCIANIDINA NO PROTOCOLO DE ADESÃO DE  
UM SISTEMA ADESIVO COMERCIAL: AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO E  
DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO RESINA/DENTINA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado  
ao curso de Odontologia da Universidade  
Federal do Ceará, como requisito parcial para  
obtenção de título de bacharel em Odontologia.  
Área de concentração: Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão  
Saboia.

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)

---

- S655i Soares, Lucas Rodrigues.  
INFLUÊNCIA DO USO DE PROANTOCIANIDINA NO PROTOCOLO DE ADESÃO DE UM SISTEMA ADESIVO COMERCIAL: AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO E DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO RESINA/DENTINA / Lucas Rodrigues Soares. – 2017.  
28 f.

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 Paulo Aragão Saboia .  
Coorientação: Profa. Ma. Lidiane Costa de Souza .

1. Proantocianidina. 2. Adesivo dental. 3. Dentina. I. Título.

CDD 617.6

---

LUCAS RODRIGUES SOARES

INFLUÊNCIA DO USO DE PROANTOCIANIDINA NO PROTOCOLO DE ADESÃO DE  
UM SISTEMA ADESIVO COMERCIAL: AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO E  
DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO RESINA/DENTINA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado  
ao curso de Odontologia da Universidade  
Federal do Ceará, como requisito parcial para  
obtenção de título de bacharel em Odontologia.  
Área de concentração: Dentística.

Aprovada em: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_\_\_.

BANCA EXAMINADORA

---

Prof. Dr. Vicente de Paulo Aragão Saboia (Orientador)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Ma. Lidiane Costa de Souza  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Ma. Nara Sousa Rodrigues  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

A Deus

Aos meu pais, Francisco Carlos e Valdiza

## AGRADECIMENTOS

A Deus, essa força superior que nos permite viver esta experiência humana cheia de obstáculos e desafios, mas também cheia de realizações, aprendizados e felicidades.

Aos meus pais, Francisco Carlos e Valdiza, pelo esforço que sempre tiveram para me proporcionar a melhor educação possível. Se hoje cheguei até aqui, é por conta de vocês, foi uma luta travada lado a lado.

Ao meu irmão Leandro, por ter dividido desde o início essa jornada comigo, quando ainda adolescentes nos mudamos pra Fortaleza para estudar. Creio que nossos pais estão muito orgulhosos por, nesse momento, estarmos terminando nossas faculdades pela Universidade Federal do Ceará.

Ao Dr. Vicente, meu professor e orientador, por me receber muito bem quando pedi para participar da sua equipe de pesquisa. Agradeço demais a oportunidade que me deu de ser duas vezes bolsista de iniciação científica.

À Lidiane Costa de Souza, que foi para mim uma coorientadora desde o começo, pessoa pela qual tenho uma grande admiração, sempre paciente e pronta para ajudar o próximo. Agradeço por ter me acolhido e ter tornado minha jornada no laboratório bem mais fácil, me ajudando em tudo.

À equipe de pesquisa: Lidiane, Nara Rodrigues, Deborah Cavalcante, Mara Lotif, Nara Sena, Diana Cunha e Rafael, pela ajuda para desenvolver os experimentos.

À minha turma 2017.1, por toda amizade compartilhada, por tudo que vivemos ao longo desses anos. Guardo no peito, com muito carinho, as boas impressões que todos deixaram em mim. Espero que nossos laços só aumentem nos anos vindouros.

À minha turma 2017.2, sempre me senti bem recebido, encontrei bons amigos com quem dividi as alegrias e aflições diárias inerentes ao curso. Um agradecimento especial a minha dupla, Marcelo Lemos, por ter dividido mais de perto a rotina intensa do dia a dia.

Aos projetos de extensão que participei, CENTRAU e Liga do Arame, agradecer aos seus mentores, Prof. Jeová e Prof. Pedro, por conduzirem tão bem esses projetos que proporcionam um aprendizado extra aos seus participantes.

Aos membros da banca pela prontidão em aceitar o convite, e pelas considerações para o enriquecimento do trabalho.

A todos os professores e servidores que compõem a Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Ceará.

“Tudo é vário. Temporário. Efêmero.  
Nunca somos. Sempre estamos”  
(Chico Buarque)

## RESUMO

As Proantocianidinas (PAs) são *cross-linkers* naturais capazes de estabelecer ligações cruzadas com o colágeno dentinário e inibir atividades proteolíticas das colagenases. Estudos *in vitro* têm mostrado efeitos positivos no uso de extratos ricos em PAs na resistência à biodegradação, melhora das propriedades mecânicas e estabilidade estrutural da dentina. Portanto este estudo teve como objetivo avaliar o efeito de uma solução de PA a 2% aplicada como *primer* e incorporada em um sistema adesivo comercial no grau de conversão e na resistência de união resina/dentina. Vinte e quatro terceiros molares humanos tiveram a dentina superficial exposta e as raízes removidas e foram divididos aleatoriamente em três grupos de acordo com a estratégia de adesão: 1) Sistema adesivo Ambar - FGM (Controle) – aplicado conforme especificações do fabricante; 2) PA-*primer* - solução de PA 2% - aplicada por 60s, lavada por 30s, e posterior aplicação do sistema adesivo, conforme grupo controle; 3) PA-adesivo – incorporação de PA a 2% no sistema adesivo Ambar - aplicado conforme grupo controle. Em seguida, platôs de resina composta (Z350XT - 3M ESPE) de 4 mm foram confeccionados de forma incremental. Após 24h em água destilada a 37°C, os espécimes de cada grupo foram subdivididos em dois grupos: testados imediatamente e após 200.000 ciclos mecânicos. Os dentes foram cortados em palitos e submetidos ao teste de microtração. O padrão de fratura dos espécimes foi analisado em lupa estereoscópica de 80x. O grau de conversão do grupo controle e do grupo PA-adesivo foi obtido por meio da Espectroscopia Infravermelha de Transmissão Fourier, por Reflectância (FTIR-ATR). Os dados foram analisados estatisticamente através do teste Anova e teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ). No teste imediato o grupo PA-*primer* apresentou maiores valores de resistência de união quando comparado ao Controle ( $p=0,012$ ), enquanto o grupo PA-adesivo não apresentou diferença estatística significativa em relação aos demais grupos. Entre os grupos imediato e ciclado, não houve interação estatística significativa ( $p=0,48$ ). Os valores do grau de conversão dos grupos Controle e PA-adesivo mostraram-se semelhantes estatisticamente. A utilização de PA como *primer* melhorou a resistência de união à dentina; e não havendo alteração do grau de conversão no adesivo testado.

**Palavras-chave:** Proantocianidina. Adesivo dental. Dentina.

## ABSTRACT

Proanthocyanidins (PAs) are natural cross-linkers capable of cross-linking with dentin collagen and inhibiting collagenase proteolytic activities. In vitro studies have shown positive effects on the use of extracts rich in PAs in resistance to biodegradation, improvement of mechanical properties and structural stability of dentin. The objective of this study was to evaluate the effect of a 2% PA solution applied as primer or incorporated in a commercial adhesive system in the degree of conversion and resin/dentin bond strength. Twenty-four human third molars had the surface dentin exposed and the roots removed and were randomly divided into three groups according to the adhesion strategy: 1) Ambar adhesive system - FGM (Control) - applied according to the manufacturer's specifications; 2) PA-primer - PA solution 2% - applied for 60s, washed for 30s, and subsequent application of adhesive system, according to control group; 3) PA-adhesive - incorporation of PA at 2% in the adhesive system Ambar- applied according to control group. Then, composite resin plates (Z350XT - 3M ESPE) of 4 mm were made incrementally. After 24 h in distilled water at 37 ° C, the specimens from each group were subdivided into two groups: tested immediately and after 200,000 mechanical cycles. The teeth were cut into sticks and subjected to the microtraction test. The fracture pattern of the specimens was analyzed in a stereoscopic 80x magnifying glass. The degree of conversion of the control group and the PA-adhesive group was obtained by Fourier Transmission Infrared Spectroscopy, by Reflectance (FTIR-ATR). Data were submitted to Anova and Tukey's test ( $\alpha = 0.05$ ). In the immediate test, the PA-primer group had higher values of union strength when compared to Control ( $p = 0.012$ ), while the PA-adhesive group did not present a statistically significant difference in relation to the other groups. Among the immediate and cycling groups, there was no statistically significant interaction ( $p = 0.48$ ). The values of the degree of conversion of the Control and PA-adhesive groups were statistically similar. The use of PA as primer improved dentin bond strength; and there was no change in the degree of conversion in the adhesive tested.

**Keywords:** Proanthocyanidin. Dental Adhesive. Dentine.

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>10</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS.....</b>	<b>12</b>
<b>3</b>	<b>MATERIAS E METODOS.....</b>	<b>13</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADOS .....</b>	<b>18</b>
<b>5</b>	<b>DISCUSSÃO.....</b>	<b>20</b>
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>22</b>
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>23</b>
	<b>APÊNDICES.....</b>	<b>27</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A falta de longevidade é uma das principais causas responsáveis pelas falhas clínicas de restaurações com resinas compostas à longo prazo (DE MUNCK et al., 2005). A união ao substrato dentinário torna-se menos favorável quando comparada à união ao esmalte. Essa situação se deve a uma maior complexidade na composição da estrutura dentinária, que é constituída, em volume, por 50% de mineral, 30% de componentes orgânicos e 20% de água (MARSHALL, 1993). Entre as estruturas orgânicas que compõem a dentina, o colágeno tipo I representa 90% da matriz. As fibras de colágeno são responsáveis por fazer ligações cruzadas exógenas intra e intermoleculares que dão forma e coesão a estrutura da dentina (STENZEL et al., 1974).

Após a desmineralização, o complexo arranjo de fibrilas de colágeno e proteínas não-colagenosas são as responsáveis por manter a conformação da estrutura da dentina (MACIEL et al., 1996). São nesses espaços interfibrilares onde os monômeros resinosos devem penetrar afim de formar uma região de união entre a estrutura dentária e o material restaurador, essa interface de união chama-se camada híbrida (MARSHALL et al., 1997). No entanto, geralmente não ocorre uma satisfatória infiltração e encapsulamento das fibrilas de colágeno pelos monômeros, deixando-as expostas e mais sensíveis às várias formas de degradação (WANG; SPENCER, 2002, 2003), durante a vida útil da restauração, tanto por processos físicos (mecânicos e térmicos); e químicos (agentes ácidos, saliva) (BRESCHI et al., 2008) quanto biológicos (metaloproteinases da matriz extracelular - MMPs) (DE MUNCK et al., 2009; AGEE et al., 2000). Dessa forma, é de grande importância para a longevidade da interface de união resina/dentina, a formação de uma estrutura de colágeno forte e estável para suportar as forças de degradação encontradas na cavidade bucal (BEDRAN-RUSSO et al., 2009; BEDRAN-RUSSO et al., 2010).

Estudos têm utilizado a Proantocianidina (PA) que é um agente natural capaz de estabelecer ligações cruzadas com o colágeno dentinário (AL-AMMAR et al., 2009; CASTELLAN et al., 2010May; BEDRAN-RUSSO et al., 2008; CASTELLAN et al., 2010; XIE et al., 2008)

As PAs compõem um grupo específico de compostos polifenólicos, formados por subunidades de flavan-3-ol, e pertencem à categoria de taninos condensados (FERREIRA et al., 2002). As PAs apresentam diversas atividades, tais como capacidade antibacteriana, anti-inflamatória e antialérgica assim como ações vasodilatadoras (BUENING et al. 1981, AFANAS'EV et al., 1989, KOLODZIEJ et al. 1995), devido a essas características tem

aumentado o número de estudos deste composto em áreas da saúde.

Diversas outras vantagens encontradas nas PAs fazem dela ainda mais atrativa para estudos. Possuem uma baixa citotoxicidade, baixo custo e fácil obtenção (BEDRAN-RUSSO et al., 2007; AL-AMMAR et al., 2009), uma vez que são encontradas abundantemente na natureza (COS et al., 2004). Em vista de todas essas características, intensificaram-se estudos *in vitro* utilizando extratos ricos em PAs afim de verificar sua ação sobre a resistência à biodegradação, propriedades mecânicas e estabilidade estrutural de dentina (CASTELLAN et al., 2010; BEDRAN-RUSSO et al., 2011).

Estudos indicam que a PA pode ser utilizada em restaurações de duas formas: como um *primer*, aplicado entre o condicionamento ácido e a aplicação do adesivo ou adicionado diretamente ao sistema adesivo (LIU; WANG, 2013; HECHLER et al., 2012).

Supõe-se que a utilização da PA, baseando-se no que foi exposto, através da sua capacidade de realizar ligações cruzadas, pode melhorar o desempenho de sistemas adesivos aprimorando suas propriedades mecânicas, resultando em restaurações mais resistentes a degradação e com uma maior longevidade.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo geral

Avaliar *in vitro* o uso de 2% de PA como *primer* e a incorporação de 2% de PA em adesivo comercial no grau de conversão e na resistência de união resina/dentina.

### 2.2 Objetivos específicos

- Avaliar o efeito da aplicação de uma solução contendo proantocianidina a 2% como *primer* e da sua incorporação no adesivo comercial Ambar (FGM) na resistência de união à dentina após 24h ou após ciclagem mecânica (200.000 ciclos).
- Avaliar o padrão de fratura dos espécimes após o teste de resistência à microtração.
- Avaliar o grau de conversão após incorporação de 2% de PA no adesivo Ambar (FMG).

### **3 METODOLOGIA**

#### **3.1 Aspectos éticos**

O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal do Ceará sob parecer de número 032617/2016. Os dentes foram doados de forma voluntária através da assinatura do termo de doação de dentes.

#### **3.2 Preparo dos dentes**

Vinte e quatro terceiros molares hígidos, extraídos por motivos adversos à pesquisa (tratamento ortodôntico, dente incluso, indicação cirúrgica), foram selecionados e estocados em solução aquosa de timol 0,01% por um período máximo de três meses. Cada dente teve a parte oclusal e a raiz removidos em cortadeira metalográfica utilizando disco de diamante. Na parte oclusal foi exposto dentina de profundidade média, e na raiz o corte foi feito distando aproximadamente 2mm da junção cimento-esmalte. Para a padronização da *smear layer* foram utilizadas lixas d'água de granulação 600 por 60s.

### 3.3 Divisão dos grupos

**Tabela 01 - Tabela de materiais**

	<i>Adesivo Ambar (FGM)</i>	<i>Resina Z350XT – 3M ESPM</i>
<b>Composição</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Adesivo + primer</li> <li>• Nanopartículas de silicato</li> <li>• Solvente a base de etanol</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• bis-GMA</li> <li>• UDMA</li> <li>• TEGDMA</li> <li>• bis-EMA</li> </ul>
<b>Modo de aplicação</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ácido fosfórico a 37% por 15 segundos</li> <li>• Remoção do ácido com jatos de água em abundância</li> <li>• Com o Microbrush aplicar e esfregar duas camadas do adesivo por 10 segundos cada</li> <li>• Jato de ar por 10 segundos</li> <li>• Fotopolimerização por 20 segundos</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Inserção de forma incremental</li> <li>• Cada incremento fotopolimerizado por 20 s</li> </ul>

Os dentes foram distribuídos em 3 grupos (n=8):

- (Controle) - Aplicação do sistema adesivo Ambar (FGM), de acordo com as instruções do fabricante: condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 15 segundos; lavagem abundante com água e secagem com papel absorvente; duas camadas do adesivo por 10 segundos; jato de ar por 10 segundos; fotopolimerização por 20 segundos com intensidade de luz de 1250 mW/cm<sup>2</sup> (Emissor B Schuster, Rio Grande do Sul, Brasil).

- (PA – primer) - Condicionamento ácido por 15 segundos; lavagem e secagem como no Controle; aplicação de solução de PA a 2% por 1 minuto na dentina usando microbrush; lavagem por 30 s; remoção do excesso de umidade com papel absorvente; aplicação do adesivo como no Controle; fotopolimerização por 20 s.
- (PA – adesivo) - Condicionamento ácido por 15 segundos; lavagem e secagem como no Controle; aplicação do adesivo experimental incorporado com 2% de PA seguindo a forma de aplicação do Controle; fotopolimerização por 20 s.

### **3.4 Restaurações dos espécimes**

As restaurações foram confeccionadas pela técnica incremental, com incrementos de, no máximo, 2 mm que foram individualmente polimerizados por 20 s usando um fotopolimerizador com intensidade de luz de 1250 mW/cm<sup>2</sup> (Emissor B Schuster, Rio Grande do Sul, Brasil). A ponta do fotopolimerizador foi mantida à menor distância possível da superfície do compósito sem, no entanto, tocá-la. A resina utilizada foi a Z350XT – 3M ESPM. Os espécimes foram estocados em água destilada a 37° por 24 h.

### **3.5 Teste de microtração e ciclagem mecânica**

Cada grupo foi então subdividido de forma que metade dos dentes de cada grupo foram submetidas a 200.000 ciclos mecânicos, antes do teste de microtração, e a outra metade foi preparada para o teste de microtração de forma imediata. Para os procedimentos de ciclagem, as amostras foram colocadas em máquina de ciclagem mecânica realizando uma força axial de 80 N em 2 ciclos / segundo. Os dentes de cada grupo foram, então, preparados para o teste de microtração através da obtenção de palitos resina-dentina em cortadeira metalográfica. Os palitos de resina-dentina tiveram sua área de secção transversal mensurada através de paquímetro digital (Starret Indústria e Comércio LTDA). Logo após, os palitos foram fixados em um aparato usando cola de cianoacrilato (Super Bonder flex gel) e levados para a máquina de ensaios de microtração (DL 2000, Emic, São José dos Pinhais, PR) onde foram submetidos ao teste de microtração a uma velocidade de 1,0 mm/min até a ruptura da união.

### **3.6 Análise do padrão de fratura**

Após o teste de microtração, os espécimes fraturados foram cuidadosamente removidos do aparato e mantidos em temperatura ambiente (25 - 37°C) por 24 h. O padrão de fratura dos espécimes foi avaliado em lupa estereoscópica (Zeiss Stemi 2000C) com aumento de 80X e o tipo de fratura foi classificado em fratura coesiva (falha exclusivamente em dentina-D ou resina- R) ou fratura mista/adesiva (falha na interface de união). Foi realizada uma análise estatística descritiva e os dados foram fornecidos em percentuais sobre o total de espécimes.

### 3.7 Análise do grau de conversão

O grau de conversão (GC) dos grupos controle e PA-adesivo foi obtido por meio da Espectroscopia Infravermelha de Transmissão de Fourier, por Reflectância (FTIR-ATR). Para isso, foram mensurados o grau de conversão dos monômeros em polímeros por meio das cadeias alifáticas e aromáticas de carbono (C=C) dos adesivos não polimerizados e polimerizados, respectivamente (FARIA-E-SILVA et al., 2010).

Antes da mensuração do grau de conversão dos espécimes foi feita a leitura do “branco”, que consiste na detecção dos componentes existentes no ambiente para evitar influência no grau de conversão dos espécimes de adesivo. Dessa forma o equipamento iniciava sempre em zero.

A mensuração do grau de conversão foi feita por meio da deposição de 10 µl do adesivo, referente a cada um dos dois grupos (Controle e PA-adesivo), sobre um cristal de ZnSe. O adesivo foi colocado sobre o cristal, evitando a formação de bolhas, e coberto por uma tampa opaca, que impede a passagem de luz, e então foi realizada a leitura do espécime não polimerizado. Após essa leitura, o mesmo espécime foi fotopolimerizado (Emissor B Schuster, Rio Grande do Sul, Brasil) por 20 s e a tampa reposicionada para permitir qualquer polimerização residual até completar 120s. Passado esse tempo, o espécime foi pressionado sobre o cristal para garantir que o adesivo estivesse em contato direto com o mesmo. Foram confeccionados 5 espécimes para cada um dos dois grupos avaliados no GC.

Através de um software, foi obtido um gráfico onde foram avaliadas as áreas de absorção de energia associadas aos grupos funcionais C=C (grupos polimerizáveis de metacrilato, com pico em 1638 cm<sup>-1</sup>) dos adesivos nas versões fluida e polimerizada. Além disso, as áreas de absorção associadas ao anel aromático (grupo fenil com pico em 1608 cm<sup>-1</sup>) também foram consideradas como referência interna de proporcionalidade de matéria entre

as amostras fluidas e polimerizadas.

Após a realização das médias da absorvância (polimerizado e não-polimerizado), o grau de conversão foi obtido de acordo com a equação mostrada abaixo.

$$GC = 1 - \left( \frac{R \text{ polimerizado}}{R \text{ não polimerizado}} \right) \times 100$$

### **3.7 Análise estatística**

Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística para a verificação das diferenças entre os grupos em relação à resistência de união adesiva e grau de conversão.

As médias de resistência da união dos diferentes grupos, nas condições imediata e ciclada (200.000 ciclos mecânicos) foram comparadas com análise de variância a dois critérios (ANOVA) e pelo teste post hoc Tukey com  $p < 0,05$ .

As médias de grau de conversão dos grupos controle e PA-adesivo foram comparadas com análise de variância a um critério (ANOVA) e seguido do teste post hoc Tukey com  $p < 0,05$ .

## 4 RESULTADOS

O grupo PA-*primer* aumentou a RU do adesivo testado no grupo imediato em relação ao controle ( $p=0,012$ ). O grupo PA-adesivo não apresentou diferença estatística significativa com relação aos demais grupos. Entre os grupos imediatos e ciclados, não houve interação estatística significativa ( $p=0,48$ ). (Tabela 02)

Não houve diferença estatística significativa dos grupos testados em relação ao grau de conversão. (Gráfico 01)

No teste de microtração, para análise do padrão de fratura, podemos observar que houve predominância de fraturas mistas em todos os grupos, porém, observamos que no grupo PA-*primer* houveram mais fraturas coesivas, em termos percentuais, com relação aos demais grupos. (Gráfico 02)

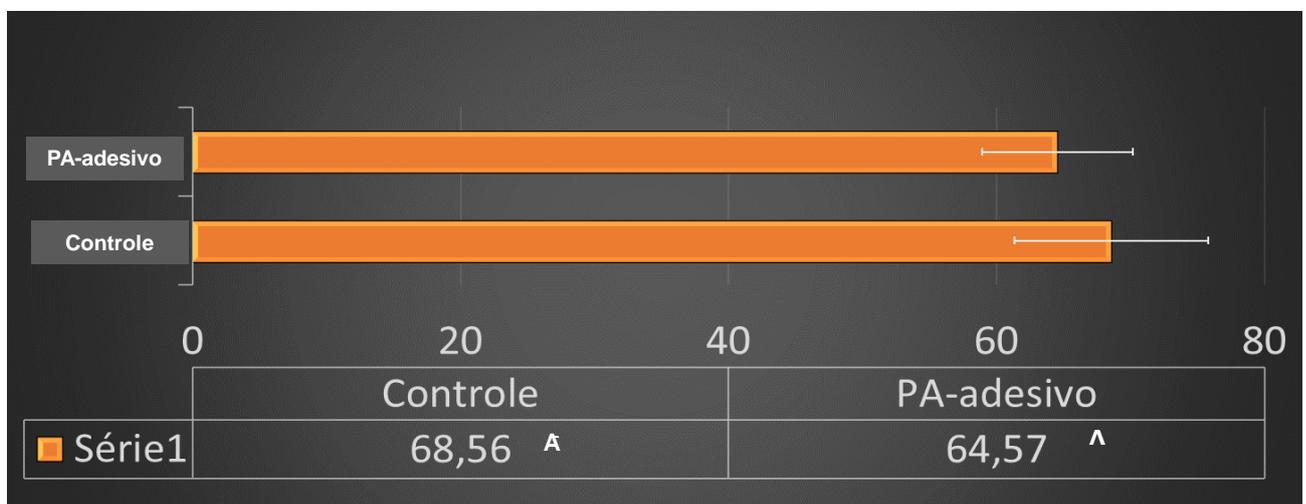
**Tabela 02: Valores de resistência de união (MPa) e o desvio padrão para os grupos.**

Grupos	Imediato	Ciclado
Controle	33,80 ± 8,04 <sup>B</sup>	36,36 ± 6,55 <sup>B</sup>
PA- <i>Primer</i>	44,67 ± 4,79 <sup>A</sup>	43,52 ± 3,80 <sup>A</sup>
PA-Adesivo	34,68 ± 4,32 <sup>AB</sup>	40,33 ± 4,43 <sup>AB</sup>

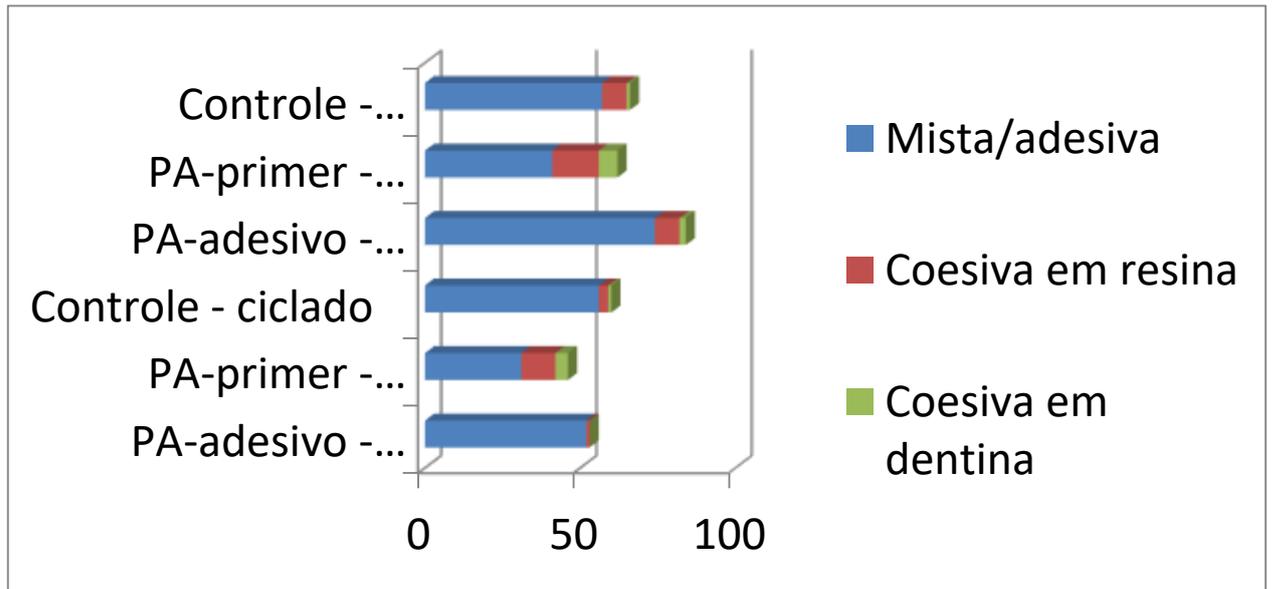
\*Letras iguais indicam que não houve diferença estatística ( $p>0,05$ )

\*\*Não houve interação estatística entre os grupos testados imediatamente e os grupos ciclados ( $P = 0,484$ )

**Gráfico 01: Média e desvio padrão de valores do grau de conversão de acordo com cada grupo.**



\*Letras iguais indicam que não houve diferença estatística ( $p>0,05$ )

**Gráfico 02: Valores do padrão de fratura dos espécimes.**

## 5 DISCUSSÃO

Vem sendo demonstrado que a utilização de agentes exógenos de ligação cruzada a diversos tecidos conjuntivos acaba por modificar as estruturas das fibrilas de colágeno, aumentando sua estabilidade (LIU et al., 2009). As PAs são abundantemente encontradas na natureza, como em vegetais, frutas, nozes, sementes e cascas (FERREIRA et al., 2009). Elas se ligam ao colágeno dentinário através de algumas forças, dentre elas estão as interações covalentes (PIERPOINT, 1969) interações iônicas (LOOMIS, 1974) interações de ligações de hidrogênio ou interações hidrofóbicas (NAKABAYASHI, 1985). Dessas interações, a ligação de hidrogênio, entre proteína amida carbonil e hidroxilo fenólico, promove a maior força de estabilização do colágeno melhorando as propriedades mecânicas (HAGERMAN et al., 1981).

A PA induz uma biomodificação na matriz de colágeno dentinário proporcionando uma expressiva resistência contra a degradação de colagenase bacteriana (LIU; WANG, 2013; LIU et al., 2013; GREEN et al., 2009) e de proteases endógenas, como MMP's (LA et al., 2009). Além disso, a PA é capaz também de inibir significativamente ações proteolíticas de enzimas que promovem degradação do colágeno, o que faz delas um importante aliado na busca por uma maior longevidade das restaurações adesivas, (MAFFEI et al., 1994). Hass et al. (2016), através do teste de micrografia confocal, foi observado uma intensa inibição da atividade das MMP's após a utilização de solução de PA.

As metaloproteinases de matriz – MMP's são proteases pertencentes a uma família de endopeptidases dependentes de zinco, e são capazes de degradar diferentes componentes da matriz extracelular (MOTT et al., 2004). Após condicionamento ácido cria-se um ambiente de baixo PH onde torna-se favorável a liberação e ativação das MMPs e catepsinas, posteriormente favorecendo a clivagem do colágeno exposto da dentina (PASHLEY et al., 2004). As atividades colagenolíticas demonstraram ocorrer predominantemente em camada dentinária e em camada híbrida (MAZZONI et al., 2007; SULKALA et al., 2007). Em contrapartida as PAs possuem alguns mecanismos de combate às atividades nocivas dessas enzimas. Dentre eles estão a proteção dos próprios locais de clivagem por meio das suas eficazes ligações com o colágeno, assim, aumentando a resistência em relação à ação de tais enzimas (CASTELLAN et al., 2010; BEDRAN-RUSSO et al., 2011). Bem como por meio de inibição e silenciamento diretamente através da reticulação dos sítios catalíticos e alostéricos das enzimas (SELA-PASSWELL et al., 2010; O'FARRELL et al., 2006).

No presente estudo foi verificado um aumento nos valores de resistência de união para o teste imediato quando se comparou o grupo PA-*primer* e o grupo controle (Tabela 02). Foi registrado em estudo, que também analisou tanto o *primer* de PA como a sua inclusão no adesivo, que observando desempenho à longo prazo dos espécimes, foi verificado, após 52 semanas de exposição à digestão por colagenase, que o grupo *primer* também chegou a resultados de resistência a microtração melhores que os demais grupos, (HECHLER et al., 2012).

Objetivando melhorar a aplicação clínica de PA, ela vem sendo incorporada diretamente em adesivos dentários (GREEN et al., 2009; EPASINGHE et al., 2011), porém as PAs e plantas polifenólicas, em geral, são conhecidas por serem agentes que eliminam radicais livres, ou seja, são antioxidantes (QUIDEAU et al., 2011), o que pode acarretar em interferência na polimerização e grau de conversão dos monômeros resinosos, dessa forma trazendo prejuízos à resistência mecânica da interface de adesão (LIU; WANG, 2013). Epasinghe et al. (2012) testou várias porcentagens de PA incorporada em adesivo e obteve que a inclusão de até 2% de PA não comprometeu na resistência de união. No presente estudo, onde também utilizamos 2% de PA incorporada em adesivo, observamos que não houve diferença estatística significativa em relação ao grupo Controle (Tabela 02). Apesar das possíveis interferências causadas pela PA, segundo Liu e Wang (2013), pode haver uma associação de PA com determinados fotoiniciadores que conseguem uma performance satisfatória de polimerização mesmo utilizando porcentagens maiores de PA.

No teste de grau de conversão, foi obtido que não houve diferenças estatísticas significativas entre os grupos em questão, mais uma vez de acordo com estudo em que mostra que a PA com concentração de até 2% não altera a polimerização, (EPASINGHE et al 2012) (Gráfico 01).

Na análise do padrão de fratura dos espécimes (Gráfico 02), observamos que houve um percentual maior de fraturas coesivas, em dentina ou resina, no grupo PA-*primer* em relação aos demais grupos. A partir disso podemos supor que pelo fato dos valores de resistência de união da interface restauradora do grupo PA-*primer* terem sido os mais expressivos (Tabela 02), acabou por induzir mais fraturas na dentina ou na resina e não na interface de união, diferente dos grupos Controle e PA-adesivo que tiveram mais fraturas adesivas.

## **6 CONCLUSÃO**

Podemos considerar o uso da proantocianidina como uma opção para melhorar a resistência de união das restaurações adesivas. Entretanto, são necessários mais estudos, analisando outras concentrações, outros sistemas adesivos, além de estudos que verifiquem o comportamento clínico das PAs na adesão.

## REFERÊNCIAS

- AFANAS'EV, IB et al. Chelating and free radical scavenging mechanisms of inhibitory action of rutin and quercetin in lipid peroxidation. **Biochem Pharmacol.**, v. 38, n. 11, p.1763-9, jun. 1989.
- AGEE, K.; ZHANG, Y.; PASHLEY, D. H. Effects of acids and additives on the susceptibility of human dentine to denaturation. **Journal Of Oral Rehabilitation**, [s.l.], v. 27, n. 2, p.136-141, fev. 2000.
- AL-AMMAR, Aiman; DRUMMOND, James L.; BEDRAN-RUSSO, Ana Karina. The use of collagen cross-linking agents to enhance dentin bond strength. **Journal Of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, [s.l.], v. 91, n. 1, p.419-424, out. 2009.
- BEDRAN-RUSSO, A.k.b. et al. Mechanical Properties of Tannic-acid-treated Dentin Matrix. **Journal Of Dental Research**, [s.l.], v. 88, n. 9, p.807-811, set. 2009.
- BEDRAN-RUSSO, Ana Karina B. et al. Application of crosslinkers to dentin collagen enhances the ultimate tensile strength. **Journal Of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, [s.l.], v. 80, n. 1, p.268-272, 2006.
- BEDRAN-RUSSO, Ana Karina B. et al. Changes in stiffness of demineralized dentin following application of collagen crosslinkers. **Journal Of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, [s.l.], v. 86, n. 2, p.330-334, ago. 2008.
- BEDRAN-RUSSO, Ana Karina B. et al. Characterization of biomodified dentin matrices for potential preventive and reparative therapies. **Acta Biomaterialia**, [s.l.], v. 7, n. 4, p.1735-1741, abr. 2011.
- BEDRAN-RUSSO, Ana Karina B. et al. Long-term effect of carbodiimide on dentin matrix and resin-dentin bonds. **Journal Of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, [s.l.], v. 94, n. 1, p.250-5, jul. 2010.
- BRESCHI, Lorenzo et al. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. **Dental Materials**, [s.l.], v. 24, n. 1, p.90-101, jan. 2008.
- CASTELLAN, Carina Strano et al. Mechanical characterization of proanthocyanidin–dentin matrix interaction. **Dental Materials**, [s.l.], v. 26, n. 10, p.968-973, out. 2010.
- CASTELLAN, Carina Strano et al. Solubility study of phytochemical cross-linking agents on dentin stiffness. **Journal Of Dentistry**, [s.l.], v. 38, n. 5, p.431-436, maio 2010.
- COS, P. et al. Proanthocyanidins in Health Care: Current and New Trends. **Current Medicinal Chemistry**, [s.l.], v. 11, n. 10, p.1345-1359, 1 maio 2004.
- EPASINGHE, D.j. et al. Effect of proanthocyanidin incorporation into dental adhesive resin on resin–dentine bond strength. **Journal Of Dentistry**, [s.l.], v. 40, n. 3, p.173-180, mar. 2012.
- FERREIRA, D; Slade, D. Oligomeric proanthocyanidins: naturally occurring O-heterocycles. **Nat Prod Rep**, v. 19, n. 5, p.517-41, out. 2002.

FARIA-E-SILVA, A. L. et al. Degree of Conversion of Etch-and-Rinse and Self-etch Adhesives Light-cured Using QTH or LED. **Operative Dentistry**, [s.l.], v. 35, n. 6, p.649-654, nov. 2010.

GREEN, Bradley et al. Grape seed proanthocyanidins increase collagen biodegradation resistance in the dentin/adhesive interface when included in an adhesive. **Journal Of Dentistry**, [s.l.], v. 38, n. 11, p.908-915, nov. 2010.

GW JUNIOR, Marshall et al. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **J Dent.**, Toronto, v. 25, n. 6, p.441-58, nov. 1997.

GW JUNIOR, Marshall. Dentin: microstructure and characterization. **Quintessence Int.**, Toronto, v. 24, n. 9, p.606-17, set. 1993.

HAGERMAN, A.e.; BUTLER, L.g. The specificity of proanthocyanidin-protein interactions. **Journal Of Biological Chemistry**, v. 256, n. 9, p.4494-4497, maio 1981.

HASS, Viviane et al. Collagen cross-linkers on dentin bonding: Stability of the adhesive interfaces, degree of conversion of the adhesive, cytotoxicity and in situ MMP inhibition. **Dental Materials**, [s.l.], v. 32, n. 6, p.732-741, jun. 2016.

HECHLER, Benjamin; YAO, Xiaomei; WANG, Yong. Proanthocyanidins alter adhesive/dentin bonding strengths when included in a bonding system. **Am J Dent**, Toronto, v. 25, n. 5, p.276-280, out. 2012.

LA, V.d.; HOWELL, A.b.; GRENIER, D. Cranberry Proanthocyanidins Inhibit MMP Production and Activity. **Journal Of Dental Research**, [s.l.], v. 88, n. 7, p.627-632, jul. 2009.

LIU, Yang et al. Calcification Resistance of Procyanidin-Treated Decellularized Porcine Aortic Valves In Vivo. **The Heart Surgery Forum**, [s.l.], v. 12, n. 1, p.24-29, 1 jan. 2009.

LIU, Yi et al. Enhancement in dentin collagen's biological stability after proanthocyanidins treatment in clinically relevant time periods. **Dental Materials**, [s.l.], v. 29, n. 4, p.485-492, abr. 2013.

LIU, Yi; WANG, Yong. Effect of proanthocyanidins and photo-initiators on photopolymerization of a dental adhesive. **Journal Of Dentistry**, [s.l.], v. 41, n. 1, p.71-79, jan. 2013.

LIU, Yi; WANG, Yong. Proanthocyanidins' efficacy in stabilizing dentin collagen against enzymatic degradation: MALDI-TOF and FTIR analyses. **Journal Of Dentistry**, [s.l.], v. 41, n. 6, p.535-542, jun. 2013.

LOOMIS, WD. Overcoming problems of phenolics and quinines in the isolation of plant enzymes and organelles. **Methods Enzymol**, v. 31, n. 1, p.528-544, jun. 1974.

MACIEL, K.t. et al. The Effects of Acetone, Ethanol, HEMA, and Air on the Stiffness of Human Decalcified Dentin Matrix. **Journal Of Dental Research**, [s.l.], v. 75, n. 11, p.1851-1858, nov. 1996.

MAFFEI, Roberto et al. Free radicals scavenging action and anti-enzyme activities of

procyanidines from *Vitis vinifera*. A mechanism for their capillary protective action. **Arzneimittelforschung**, Toronto, v. 44, n. 5, p.592-601, maio 1994.

MAZZONI, A. et al. Zymographic analysis and characterization of MMP-2 and -9 forms in human sound dentin. **J Dent Res**, v. 86, n. 5, p.436-440, jun. 2007.

MK, Buening et al. Activation and inhibition of benzo(a)pyrene and aflatoxin B1 metabolism in human liver microsomes by naturally occurring flavonoids. **Cancer Res.**, v. 41, n. 1, p.67-72, jan. 1981.

MOTT, Joni D; WERB, Zena. Regulation of matrix biology by matrix metalloproteinases. **Current Opinion In Cell Biology**, [s.l.], v. 16, n. 5, p.558-564, out. 2004.

MUNCK, J. de et al. A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results. **Journal Of Dental Research**, [s.l.], v. 84, n. 2, p.118-132, fev. 2005.

MUNCK, J. de et al. Inhibition of Enzymatic Degradation of Adhesive-Dentin Interfaces. **Journal Of Dental Research**, [s.l.], v. 88, n. 12, p.1101-1106, 27 out. 2009.

NAKABAYASHI, N. Bonding of restorative materials to dentine: The present status in Japan. **Int Dent J**, v. 35, n. 2, p.145-154, jan. 1985.

O'FARRELL, Thomas J. et al. Matrix metalloproteinase-1 takes advantage of the induced fit mechanism to cleave the triple-helical type I collagen molecule. **Biochemistry**, Toronto, v. 45, n. 1, p.15411-15418, abr. 2006.

PASHLEY, D.h. et al. Collagen Degradation by Host-derived Enzymes during Aging. **Journal Of Dental Research**, [s.l.], v. 83, n. 3, p.216-221, mar. 2004.

PIERPOINT, WS. Quinones formed in plant extracts. Their re-actions with amino acids and peptides. **Biochem J**, v. 112, n. 5, p.609-616, maio 1969.

QUIDEAU, Stéphane et al. Plant Polyphenols: Chemical Properties, Biological Activities, and Synthesis. **Angewandte Chemie International Edition**, [s.l.], v. 50, n. 3, p.586-621, 7 jan. 2011.

SELA-PASSWELL, Netta et al. Structural and functional bases for allosteric control of MMP activities: Can it pave the path for selective inhibition?. **Biochimica Et Biophysica Acta (bba) - Molecular Cell Research**, [s.l.], v. 1803, n. 1, p.29-38, jan. 2010.

STENZEL, K H; MIYATA, T; RUBIN, A L. Collagen as a Biomaterial. **Annual Review Of Biophysics And Bioengineering**, [s.l.], v. 3, n. 1, p.231-253, jun. 1974.

SULKALA, Merja et al. Matrix metalloproteinase-8 (MMP-8) is the major collagenase in human dentin. **Archives Of Oral Biology**, [s.l.], v. 52, n. 2, p.121-127, fev. 2007.

WANG, Yong; SPENCER, P. Hybridization Efficiency of the Adhesive/Dentin Interface with Wet Bonding. **Journal Of Dental Research**, [s.l.], v. 82, n. 2, p.141-145, fev. 2003.

WANG, Yong; SPENCER, P. Quantifying adhesive penetration in adhesive/dentin interface using confocal Raman microspectroscopy. **J Biomed Mater**, Toronto, v. 59, n. 1, p.46-55, jan.

2002.

XIE, Qian; BEDRAN-RUSSO, Ana Karina; WU, Christine D. In vitro remineralization effects of grape seed extract on artificial root caries. **Journal Of Dentistry**, [s.l.], v. 36, n. 11, p.900-906, nov. 2008.

**APÊNDICE A - TERMO DE DOAÇÃO DE DENTES**

Eu \_\_\_\_\_ RG \_\_\_\_\_

Residente à \_\_\_\_\_ Telefone: \_\_\_\_\_

Faço a doação voluntária dos dentes \_\_\_\_\_, que já seriam extraídos por motivos adversos, para a realização da pesquisa INFLUÊNCIA DO USO DE PROANTOCIANIDINA NO PROTOCOLO DE ADESÃO DE UM SISTEMA ADESIVO COMERCIAL: AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO E DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO RESINA/DENTINA sob comando do graduando LUCAS RODRIGUES SOARES que tem por objetivo avaliar a influência da incorporação de Proantocianidina em uma adesivo comercial e da sua utilização como uma solução *primer*, no grau de conversão e resistência de união à dentina. Fui ainda esclarecido pelo pesquisador que minha identidade não será divulgada por qualquer meio e que o material recolhido será utilizado unicamente para a presente pesquisa e não me trará nenhum risco ou benefício.

Local e Data: \_\_\_\_\_

Assinatura do Doador: \_\_\_\_\_

Pesquisador: Lucas Rodrigues Soares

R. Eduardo Barros Leal, 134 – São Gerardo - Fortaleza - CE – 60320-630

Fone: (85) 99135.2234 – lucodontoufc@gmail.com