

**UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO**

**Fernanda de Andrade Marafiga**

**EFEITO DO EXTRATO DE SEMENTE DE  
UVA QUANDO UTILIZADO COMO  
MEDICAÇÃO INTRACANAL SOBRE AS  
PROPRIEDADES MECÂNICAS E  
COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA DENTINA**

**Passo Fundo**

**2023**

**Fernanda de Andrade Marafiga**

**EFEITO DO EXTRATO DE SEMENTE DE  
UVA QUANDO UTILIZADO COMO  
MEDICAÇÃO INTRACANAL SOBRE AS  
PROPRIEDADES MECÂNICAS E  
COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA DENTINA**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da UPF, para obtenção do título de Doutora em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob orientação do Prof. Dr. João Paulo De Carli.

**Passo Fundo**

**2023**

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**

### **Fernanda de Andrade Marafiga**

Nascida em 11 de julho de 1991 em Santo Ângelo, Rio Grande do Sul; filha de Aldo Rogério de Almeida Marafiga e Erondina de Andrade Marafiga. Graduada em Odontologia pela Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo em 11 de janeiro de 2014, sob orientação do Prof. Dr. Douglas Cecchin, com o trabalho de conclusão de curso intitulado “Avaliação da capacidade de limpeza do terço apical de canais radiculares utilizando hipoclorito de cálcio”. É especialista em Endodontia pela Faculdade Meridional em 19 de dezembro de 2016, sob orientação do Prof. Dr. Mateus Silveira Martins Hartmann, com a monografia intitulada “O efeito antimicrobiano do hipoclorito de sódio e da clorexidina em diferentes concentrações: revisão de literatura”. Possui Mestrado em Odontologia pelo Programa de Pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo com a dissertação intitulada “Efeito da Utilização do Ácido Glicólico sobre as Propriedades Mecânicas da Dentina”, sob orientação do Prof. Dr. Douglas Cecchin apresentada em 18 de dezembro de 2019. Atualmente desempenha atividades clínicas em consultório particular próprio, localizado na Avenida Venâncio Aires, número 1118 na cidade de Santo Ângelo/RS e realiza endodontias em demais cidades do estado do Rio Grande do Sul, como Erechim, São Luiz Gonzaga e São Miguel das Missões. Na docência, desempenha a função de Coordenadora

Pedagógica do Curso de Odontologia da Faculdade CNEC Santo Ângelo em Santo Ângelo – RS desde abril de 2021, além de ministrar as disciplinas de Endodontia e Estágio Supervisionado na respectiva IES.

## **AGRADECIMENTOS**

Um singelo agradecimento:

Aos meus pais, Aldo e Erondina, que sempre presaram pelos estudos e foram exemplos de dedicação em tudo que fizeram. Ao meu irmão, Rodrigo, que apesar de ser o mais novo, é meu exemplo de pessoa e profissional.

Ao meu noivo, Marco, que me acompanhou em toda a jornada até aqui, sempre compreensível com as faltas físicas.

À Universidade de Passo Fundo, sou muito grata pelo incentivo em todos os níveis do meu aprendizado. Estendo os agradecimentos a todos os colaboradores da instituição que zelam pela nossa boa estadia na mesma.

Ao meu orientador Professor Dr. João Paulo De Carli, que mesmo sem saber ao certo a minha situação no Curso, assumiu a orientação do meu trabalho e foi um amigo nessa caminhada e, com todo o cuidado e zelo, me concedeu autonomia em minha escrita e trabalho prático de pesquisa.

Ao Professor Dr. Doglas Cecchin, que alçou voos maiores na sua carreira profissional, mas me conduziu em grande parte da minha formação acadêmica.

Ao Professor Dr. Yuri Dal Bello, pelo auxílio com o FTIR; à colaboradora da UPF Parque, a Adriana Gregory Barlette, que realizou a avaliação dessa metodologia até então desconhecida para mim; ao

Professor Dr. Pedro Henrique Corazza, que me auxiliou realizando a análise estatística do trabalho; à aluna de Doutorado Letícia Copatti Dogenski, que disponibilizou de suas horas na UPF para me auxiliar nos testes com a EMIC.

Aos meus colegas de curso, que tornaram a jornada mais leve e mais brilhante pelos conhecimentos compartilhados mesmo que de forma *online*.

O sincero agradecimento a Faculdade CNEC Santo Ângelo, que me acolheu como professora e coordenadora do Curso de Odontologia, na qual me cedeu a estufa para realizar o tempo de exposição próximo dos meus cuidados.

E, finalmente, meu muito obrigado ao Abatedouro Callegaro, em nome de Nei Callegaro, que foi muito receptivo ao ceder os dentes bovinos para este estudo, como também à Anny, zootecnista do referido abatedouro.

# SUMÁRIO

BIOGRAFIA DO AUTOR.....	5
AGRADECIMENTOS.....	7
LISTA DE TABELAS.....	10
LISTA DE FIGURAS.....	12
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	14
RESUMO.....	15
ABSTRACT.....	17
1. INTRODUÇÃO.....	19
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	21
3. PROPOSIÇÃO.....	30
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	31
5. RESULTADOS.....	47
6. DISCUSSÃO.....	58
7. CONCLUSÕES.....	64
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	65
APÊNDICES.....	82
ARTIGO A SER SUBMETIDO.....	89

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Comparação entre o Grupo Controle (GC) com todos os demais grupos expostos a MICs relativamente à resistência à fratura radicular.....	47
Tabela 2. Comparações Pareadas de Tukey: Substância X Tempo: em relação à resistência à fratura radicular. Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%.....	49
Tabela 3. Comparação entre o Grupo Controle (GC) com todos os demais grupos expostos a MICs, relativamente à resistência flexural.....	49
Tabela 4. Comparações Pareadas de Tukey: Substância X Tempo: em relação à resistência flexural da dentina. Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95% .....	50
Tabela 5. Comparação entre o Grupo Controle com todos os demais grupos expostos a MICs, relativamente ao módulo de elasticidade da dentina.....	51
Tabela 5. Comparações Pareadas de Tukey: Substância X Tempo em relação ao módulo de elasticidade da dentina. Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%.....	53
Tabela 7. Relação apatita/colágeno dos grupos testados .....	54
Tabela 8. Comparação entre o Grupo Controle com todos os demais grupos expostos a MICs, relativamente à resistência coesiva .....	55

Tabela 9. Comparações Pareadas de Tukey: Substância X Tempo: em relação à resistência coesiva da dentina. Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95% .....57

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Dente unirradicular bovino íntegro.....	31
Figura 2. Apresentação comercial da Medicação Intracanal. A: Hidróxido de Cálcio. B: Extrato de Semente de Uva.....	33
Figura 3. Medicação intracanal após a manipulação. A: Hidróxido de Cálcio. B: Extrato de Semente de Uva.....	33
Figura 4. Obtenção das amostras. A: Raiz com 15 mm de comprimento. B: Raiz com marcações de caneta de retroprojektor para padronização dos espécimes.....	35
Figura 5. Confeção das amostras. A: Paquímetro digital adaptado para realizar aferições intracanal. B: Mensuração das espessura da raiz.....	36
Figura 6. Tratamento dos espécimes com as MICs em estudo. A: Raiz incluída em cano PVC com resina acrílica. B: Inserção da medicação intracanal com lântulo. C: Restauração provisória.....	37
Figura 7. Teste de resistência à fratura .....	38
Figura 8. Obtenção dos palitos de dentina. A: Cortes para obtenção de fragmentos de dentina. B: Fragmento de dentina. C: Amostra em forma de palito utilizada para o teste.....	39
Figura 9. Teste de resistência à flexão.....	40
Figura 10. Confeção das amostras em formato de ampulheta. A: Cortes perpendiculares ao longo eixo do dente. B: Espécimes da porção radicular. C: Desgaste com broca para obtenção da ampulheta.....	42

Figura 11. Tratamento dos espécimes com a medicação intracanal. A: Microtubos de polipropileno com amostra submersa na medicação intracanal. B: Amostra irrigada com 5 ml de água destilada.....	43
Figura 12. Espectrômetro Agilent.....	44
Figura 13. Teste de microtração. A: Colagem da ampulheta no dispositivo de microtração. B: Dispositivo fixado na Máquina Universal de Ensaios para realização do teste de resistência coesiva.....	45
Figura 14. Valores de resistência à fratura radicular nos diferentes grupos estudados .....	48
Figura 15. Valores de resistência flexural nos diferentes grupos estudados.....	50
Figura 16. Valores de modulo de elasticidade nos diferentes grupos estudados.....	52
Figura 17. Resultados de FTIR após o contato com as medicações intracanalais nos tempos de exposição de 7, 15 e 30 dias. Os picos de fosfato (a), amido (b) e estabilização (c).....	54
Figura 18. Valores de resistência coesiva nos diferentes grupos estudados.....	56

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Ca(OH)<sub>2</sub> - Hidróxido de Cálcio

CHX – Clorexidina

CEUA - Comitê de Ética de Uso em Animais

*E. faecalis* – *Enterococcus faecalis*

ESU – Extrato de Semente de Uva

FTIR – Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier

GSE – Grape Seed Extract

MIC – Medicação Intracanal

Mpa – Megapascal

ME – Modulo de Elasticidade

MTA – agregado de trióxido mineral

N – Newton

NaOCl – Hipoclorito de Sódio

PMCC – Paramonoclorofenol

RFrat – Teste de Resistência à Fratura da Dentina Radicular

RFlex – Teste de Resistência Flexural da Dentina Radicular

RC – Teste de Resistência Coesiva da Dentina Radicular

## RESUMO<sup>1</sup>

**OBJETIVO:** O objetivo deste estudo foi avaliar *in vitro* o efeito do Extrato de Semente de Uva (ESU), quando utilizado por diferentes tempos de exposição como medicação intracanal, sobre as propriedades mecânicas e composição química da dentina. **METODOLOGIA:** Foram utilizados 96 dentes bovinos unirradiculares extraídos, tendo sido executados os testes de Resistência à fratura da dentina radicular (RFrat), Teste de Resistência Flexural (RFlex), Módulo de Elasticidade (ME), teste de Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier (FTIR) e Teste de Resistência Coesiva (RC). Os grupos experimentais foram divididos da seguinte forma (n=10) para cada teste: dentina sem tratamento - grupo controle (GC), Ca(OH)<sub>2</sub> (G1, G2 e G3) e ESU (G4, G5 e G6) com um contato direto de 7, 15 e 30 dias, respectivamente. As substâncias foram aplicadas no tempo de exposição de cada grupo e, logo após, os espécimes foram irrigados com 5 mL de soro fisiológico. Os testes de RC, RFlex, ME e RFrat foram realizados em máquina universal de ensaios (EMIC DL 2000®, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil), utilizando ampulhetas de dentina radicular para RC, palitos dentinários para RFlex e ME, e raízes de 1 mm de espessura para RFrat. O teste de FTIR foi realizado em um espectrômetro (Agilent Cary 630® FTIR, Santa Clara, Califórnia, EUA), utilizando-se ampulhetas de dentina. **RESULTADOS:** O ESU interfere menos nas propriedades mecânicas dentinárias do que o Ca(OH)<sub>2</sub>, quando avaliados os testes de RFrat (p=0), RFlex (p=0,002) e RC (p=0). O tempo da exposição das MICs apresentou prejuízo das propriedades dentinárias nos testes de RFrat (p=0,002) e RC (p=0,031). As MICs (p=0,08) e o tempo de aplicação (p=0,985) mostraram não interferir no ME das amostras avaliadas e o

---

<sup>1</sup> Fernanda de Andrade Marafiga

tempo de aplicação das MICs não influenciou nos resultados de RFlex ( $p=0,169$ ). Os resultados do FTIR demonstraram uma relação apatita/colágeno maior nos grupos com hidróxido de cálcio ( $p<0,05$ ). **CONCLUSÃO:** Tanto o  $\text{Ca(OH)}_2$  quanto o ESU, quando utilizados como medicação intracanal, interferem em algum grau nas propriedades mecânicas dentinárias, porém o ESU apresenta resultados mais favoráveis. O ME foi a única propriedade inalterada pelas medicações intracanaís e seus tempos de aplicação. Não houve consonância dos resultados do FTIR com os resultados dos testes mecânicos.

**Palavras-chave:** Extrato de Semente de Uva, Hidróxido de Cálcio, Testes Mecânicos.

## ABSTRACT<sup>2</sup>

**OBJECTIVE:** The aim of this study was to evaluate in vitro the effect of Grape Seed Extract (GSE), when used for different exposure times as an intracanal medication, on the mechanical properties and chemical composition of dentin.

**METHODOLOGY:** Ninety-six extracted single-rooted bovine teeth were used, having performed the tests of resistance to fracture of root dentin (RFrat), Flexural Resistance Test (RFlex), Modulus of Elasticity (ME), Fourier Transformed Infrared Spectroscopy test (FTIR ) and Cohesive Resistance Test (RC). The experimental groups were divided as follows (n=10) for each test: untreated dentin - control group (GC), Ca(OH)<sub>2</sub> (G1, G2 and G3) and GSE (G4, G5 and G6) with a direct contact of 7, 15 and 30 days, respectively. The substances were applied during the exposure time of each group and, soon after, the specimens were irrigated with 5 mL of saline solution. The RC, RFlex, ME and RFrat tests were performed in a universal testing machine (EMIC DL 2000®, São José dos Pinhais, Paraná, Brazil), using root dentin hourglasses for CR, dentin sticks for RFlex and ME, and roots 1mm thick for RFrat. The FTIR test was performed in a spectrometer (Agilent Cary 630® FTIR, Santa Clara, California, USA), using dentin hourglasses. **RESULTS:** GSE interferes less with dentin mechanical properties than Ca(OH)<sub>2</sub>, when the RFrat (p=0), RFlex (p=0.002) and RC (p=0) tests are evaluated. The exposure time of the MICs showed damage to the dentin properties in the RFrat (p=0.002) and RC (p=0.031) tests. The MICs (p=0.08) and the time of application (p=0.985) did not interfere with the ME of the evaluated samples and the time of application of the MICs did not influence the results of

---

<sup>2</sup> Effect of grape seed extract when used as an intracanal medication on the mechanical properties and chemical composition of dentin

RFlex ( $p=0.169$ ). The FTIR results showed a higher apatite/collagen ratio in the calcium hydroxide groups ( $p<0.05$ ). **CONCLUSION:** Both  $\text{Ca(OH)}_2$  and GSE, when used as intracanal medication, interfere to some degree with dentin mechanical properties, but GSE presents more favorable results. ME was the only property unaltered by intracanal medications and their application times. There was no agreement between the FTIR results and the results of the mechanical tests.

**Key words:** Grape Seed Extract, Calcium Hydroxide, Mechanical Tests.

# 1. INTRODUÇÃO

Os microrganismos são os principais agentes etiológicos das alterações pulpares e periapicais (KAKEHASHI *et al.*, 1965; GIARDINO *et al.*, 2014; SIQUEIRA Jr. *et al.*, 2020). Assim, o propósito do tratamento endodôntico é reduzir a carga bacteriana a níveis compatíveis com a cicatrização do tecido periapical, além de prevenir a recolonização do dente após o tratamento (SIQUEIRA Jr. e ROÇAS, 2008; ZANDI *et al.*, 2018), resultando em sucesso da terapia através do controle da infecção (WALTIMO *et al.*, 2005; ZANDI *et al.*, 2019).

A redução dos microrganismos é alcançada pelo preparo químico-mecânico do canal radicular, o qual consiste na combinação da instrumentação do mesmo (KAKEHASHI *et al.*, 1965; SARRAF *et al.*, 2019) com soluções irrigantes (SANTOS *et al.*, 2006; AYAD *et al.*, 2011; SARRAF *et al.*, 2019; PIVOTO-JOÃO *et al.*, 2020). Porém, alguns microrganismos podem persistir devido às variações anatômicas do complexo sistema de canais radiculares (EL KARIM, KENNEDY e HUSSEY, 2007; SIQUEIRA Jr., MAGALHÃES e RÔÇAS, 2007) e ao acesso limitado de instrumentos endodônticos e substâncias químicas auxiliares (EL KARIM, KENNEDY e HUSSEY, 2007; RICUCCI *et al.*, 2009; MOHAMMADI e DUMMER, 2011; SIRÉN *et al.*, 2014; PACHECO-YANES *et al.*, 2020; PÉREZ *et al.*, 2020).

Levando em consideração que a medicação intracanal (MIC) é definida como a colocação temporária de materiais (AMIN *et al.*, 2012),

com boas propriedades antimicrobianas e baixa toxicidade (SAATCHI *et al.*, 2014) para controlar os microrganismos que permanecem no interior dos sistemas de canais radiculares (HAAPASALO *et al.*, 2014). A pasta de hidróxido de cálcio [Ca(OH)<sub>2</sub>] o medicamento intracanal mais utilizado na endodontia (SAATCHI *et al.*, 2014). Além do Ca(OH)<sub>2</sub>, o paramonoclofenol (PMCC), a tricresol formalina, a clorexidina (CHX), entre outras medicações, são comumente utilizados (REIS *et al.*, 2018).

No entanto, irrigantes endodônticos e MIC, quando utilizados em altas concentrações e por longos períodos, podem causar alterações químicas e estruturais na composição da dentina, como a degradação do colágeno e desmineralização (ANDREASEN, FARIK e MUNKSGAARD, 2002; HU *et al.*, 2010; ZHANG *et al.*, 2010; YASSEN *et al.*, 2013; GU *et al.*, 2017). Essas alterações podem reduzir a resistência flexural e a microdureza da dentina, interferindo também na resistência radicular à fratura (ANDREASEN, FARIK e MUNKSGAARD, 2002; YASSEN *et al.*, 2013; ASLANTAS *et al.*, 2014).

Tendo em vista que as modificações nas propriedades da dentina podem reduzir a resistência dentária, principalmente após o tratamento endodôntico (TAFFAREL *et al.*, 2018), o presente trabalho buscou avaliar as propriedades mecânicas e a composição química da dentina após exposição da mesma a diferentes medicações intracanaís, durante diferentes períodos de tempo.

## 2. REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1. Medicação Intracanal (MIC)

Microrganismos podem permanecer após o preparo químico-mecânico do canal radicular (HOLLAND, SOARES e SOARES, 1992). Com isso, a utilização de uma medicação intracanal (MIC) com ação antimicrobiana entre as sessões do tratamento endodôntico é indicada para complementar a desinfecção do canal, e com isso, eliminar as bactérias remanescentes (BYSTRÖM, CLAEISSON e SUNDQVIST, 1985; SIQUEIRA Jr., MAGALHÃES e RÔÇAS, 2007).

As bactérias que persistem após a instrumentação podem multiplicar rapidamente quando os canais são deixados vazios (BYSTRÖM e SUNDQVIST, 1981; BYSTRÖM, CLAEISSON e SUNDQVIST, 1985), sugerindo que as condições dentro do sistema de canais radiculares vazios favorecem a proliferação bacteriana. Para prevenir o crescimento bacteriano e, de preferência, eliminar resíduos de microrganismos, MIC têm sido utilizadas entre as sessões de tratamento subsequentes (BYSTRÖM, CLAEISSON e SUNDQVIST, 1985; MCGURKIN-SMITH *et al.*, 2005), inibindo inclusive a invasão coronária das bactérias (AMIN *et al.*, 2012).

As propriedades mais importantes da MIC estão relacionadas a sua biocompatibilidade (AMIN *et al.*, 2012), estabilidade e aos efeitos antibacterianos. Além disso, a capacidade de induzir a formação de tecido

duro é necessária no tratamento endodôntico de dentes imaturos (KAWASHIMA *et al.*, 2009).

Portanto, o uso de uma MIC pode ser favorável na eliminação de microrganismos remanescentes após a instrumentação do canal radicular (SIQUEIRA Jr. e UZEDA, 1997), pois uma substância antibacteriana alcança regiões inacessíveis do complexo sistema de canais radiculares (SIQUEIRA Jr. e UZEDA, 1998). Além disso, podem agir além do lúmen do canal radicular, dentro dos túbulos dentinários e reabsorções apicais (VIANNA *et al.*, 2007; SATHORN, PARASHOS e MESSER, 2007).

Byström, Claesson e Sundqvist (1985) afirmaram que o uso de MIC para desinfecção do sistema de canal radicular é preconizado para melhorar o resultado do tratamento endodôntico. Para Siqueira Jr. e Uzeda (1998) e Law e Messer (2004), os medicamentos intracanaís são principalmente usados para reduzir ou eliminar microrganismos localizados dentro do sistema de canal radicular e para prevenir sua proliferação entre as consultas de terapia, funcionando assim como um complemento valioso para o preparo químico-mecânico do canal radicular, reduzindo a microbiota, além de favorecer a reparação o tecido periapical (SIQUEIRA Jr. e UZEDA, 1997).

A MIC tem sido utilizada para melhorar o prognóstico do tratamento endodôntico (MISRA *et al.* 2017) através da eliminação de microrganismos resistentes ao tratamento ou em casos de dor persistente ou exsudatos (GOMES *et al.*, 2013). Sugere-se que permanecendo por um longo período de tempo no canal, a MIC possa penetrar em áreas não alcançadas por instrumentos e irrigantes, atuando como uma barreira física. Assim, a medicação impede a reinfecção do canal radicular e o

fornecimento de nutrientes às bactérias remanescentes (CHONG e PITT FORD, 1992).

## **2.2. Hidróxido de Cálcio [Ca(OH)<sub>2</sub>]**

O hidróxido de cálcio é um pó branco inodoro com a fórmula química Ca(OH)<sub>2</sub> e peso molecular de 74,08 (FARHAD e MOHAMMADI, 2005). Tem baixa solubilidade em água, que diminui com a elevação da temperatura (SIQUEIRA Jr. e LOPES, 1999) e é insolúvel em álcool (FARHAD e MOHAMMADI, 2005). O pó puro do Ca(OH)<sub>2</sub> tem pH alto (aproximadamente 12,5–12,8) (FARHAD e MOHAMMADI, 2005) e o material é quimicamente classificado como base forte, sendo que suas principais ações vêm da dissociação iônica de íons Ca<sup>2+</sup> e OH) e seus efeitos nos tecidos vitais geram a indução de deposição de tecido duro, com propriedades antibacterianas (SIQUEIRA Jr. e LOPES, 1999). Desde sua introdução em 1920 por Hermann, o Ca(OH)<sub>2</sub> tem sido recomendado para diversos procedimentos odontológicos.

O Ca(OH)<sub>2</sub> é utilizado como base em cavidades profundas devido às suas propriedades bactericidas e cicatrizantes (KING, CRAWFORD e LINDAHL, 1965). Sendo assim, vários materiais e formulações antimicrobianas são dispostos em várias modalidades de tratamento na Endodontia (MOHAMMADI e DUMMER, 2011). Estes incluem medicamentos intracanaís interconsultas, agentes de capeamento pulpar e seladores de canais radiculares, e têm sua aplicação sugerida para interromper os processos de reabsorção interna e externa (MAJORANA *et al.*, 2003; HAAPASALO e ENDALU, 2006). Formulações de Ca(OH)<sub>2</sub>

também são utilizados durante tratamento de perfurações radiculares, fraturas radiculares e reabsorção, tendo um papel na traumatologia dentária, por exemplo, após avulsão dentária e lesões por luxação (MOHAMMADI e DUMMER, 2011).

O  $\text{Ca(OH)}_2$  é a medicação intracanal mais utilizada em todo o mundo (AKCAY *et al.*, 2014; MARTINHO *et al.*, 2018). Ele apresenta propriedades vantajosas como atividade antimicrobiana (MOHAMMADI e DUMMER, 2011; AKCAY *et al.*, 2014), capacidade de neutralizar endotoxinas (SIQUEIRA Jr. *et al.*, 1999; LEONARDO *et al.*, 2006), alto pH (STEVENS e GROSSMAN, 1983; RÖDIG, VOGEL e HÜLSMANN, 2010; AKCAY *et al.*, 2014; SÍREN *et al.*, 2014), liberação de íons de cálcio (SÍREN *et al.*, 2014), resultando no rompimento da membrana das bactérias (STEVENS e GROSSMAN, 1983; ESTRELA *et al.*, 1995) e capacidade de induzir remineralização dos tecidos periapicais (SIQUEIRA Jr. *et al.*, 1999; ANDREASEN, FARIK e MUNKSGAARD, 2002; LEONARDO *et al.*, 2006) sendo assim formando tecido duro (AKCAY *et al.*, 2014), além disso, apresenta atividade antifúngica, efeitos nas propriedades da dentina, difusão de íons hidroxila e toxicidade (RÖDIG, VOGEL e HÜLSMANN, 2010).

Estudos têm mostrado que o  $\text{Ca(OH)}_2$  tem propriedades antibacterianas suficientes para diminuir as bactérias cultiváveis quando utilizado como uma MIC entre consultas e, portanto, aumenta o sucesso endodôntico (SJÖGREN *et al.*, 1991). Em contrapartida, Chong e Pitt Ford (1992), declararam que o  $\text{Ca(OH)}_2$  não é eficaz contra todas as bactérias presentes na flora do canal radicular, principalmente contra *E. faecalis* (STEVENS e GROSSMAN, 1983; HAAPASALO e ORSTAVIK, 1987; SATHORN, RASHOS e MESSER, 2007).

Byström, Claesson e Sundqvist (1985) demonstraram que esta substância proporcionou resultados clínicos superiores aos observados com fenol e paramonoclorofenol canforado. O  $\text{Ca(OH)}_2$  associado ao paramonoclorofenol canforado é eficaz contra o *E. faecalis* e pode aumentar a atividade antimicrobiana do hidróxido quando utilizado em forma de pasta (STEVENS e GROSSMAN, 1983; HAAPASALO e ORSTAVIK, 1987).

O mecanismo de ação proposto do  $\text{Ca(OH)}_2$  no tecido e nas bactérias se deve à dissociação dos íons cálcio e hidroxila, pois é solúvel em água, solução salina e anestesia local (ZAREI, AFKHAMI e POOR, 2013). Os íons cálcio são extremamente reativos, combinando-se rapidamente com lipídios, proteínas e ácidos nucleicos. Ainda, causa peroxidação lipídica, aumentando a permeabilidade da membrana bacteriana, desnaturação da proteína, enzimas inativadoras e dano ao DNA, causando morte bacteriana (FREEMAN e CRAPO, 1982).

A literatura sugere que o uso de 15 a 30 dias de  $\text{Ca(OH)}_2$  pode ser suficiente para promover os efeitos antimicrobianos benéficos (DELGADO *et al.*, 2013), porém Valera *et al.* (2015) demonstraram que o curativo com  $\text{Ca(OH)}_2$  por apenas 15 dias não promoveu uma redução significativa na resistência à fratura de dentina.

Mas vale ressaltar que o  $\text{Ca(OH)}_2$  tem sido usado no tratamento de dentes imaturos para atingir a cicatrização periodontal e promover a formação de uma barreira apical, facilitando a obturação do canal radicular (FRANK, 1966; HEITHERSAY, 1975). Técnicas de apicificação usando  $\text{Ca(OH)}_2$  têm resultados semelhantes às técnicas de barreira apical com agregado de trióxido mineral (MTA) ou ao tratamento com protocolos endodônticos regenerativos (CHALA, ABOUQAL e

RIDA, 2011). Porém, o uso do  $\text{Ca(OH)}_2$  no tratamento de longo prazo de dentes imaturos é atualmente questionado, apesar do sucesso histórico desta abordagem de tratamento no manejo e sobrevivência de dentes tratados com  $\text{Ca(OH)}_2$  (KAHLER *et al.*, 2017).

O  $\text{Ca(OH)}_2$  não consegue produzir canais radiculares estéreis de forma consistente e até permite recontaminação em alguns casos (PETERS *et al.*, 2002), porém ainda não está claro em quais casos ocorre falha (WEIGER, ROSENDAHL e LÖST, 2000).

As características físicas e químicas do  $\text{Ca(OH)}_2$  apresentam algumas desvantagens, uma vez que o material é radiotransparente, relativamente permeável a líquidos, não viscoso e altamente solúvel na região periapical, sendo também difícil a colocação no interior dos canais (LEONARDO *et al.*, 1993).

O  $\text{Ca(OH)}_2$  também diminui a resistência à fratura da dentina radicular quando utilizado como curativo por longo período de tempo (CVEK, 1973; CVEK, 1992). Segundo Andreassen, Farik e Munksgaard (2002), isso pode ser explicado por sua reação com a dentina. A exposição prolongada da dentina ao  $\text{Ca(OH)}_2$  tem aparentemente um efeito enfraquecedor devido à capacidade proteolítica do hidróxido de cálcio (ANDERSEN *et al.*, 1992), provavelmente promovido por alterações na matriz orgânica da dentina (ANDREASEN, FARIK e MUNKSGAARD, 2002; MOHAMMADI e DUMMER, 2011).

O  $\text{Ca(OH)}_2$ , quando utilizado como MIC, diminui a resistência à fratura da raiz e aumenta a microdureza da dentina radicular (YASSEN *et al.*, 2013), além de apresentar efeito negativo sobre a resistência de união dos cimentos endodônticos resinosos à dentina radicular (GUIOTTI *et al.*, 2014).

Apesar do  $\text{Ca(OH)}_2$  reduzir a resistência à fratura radicular, ele atende à maioria dos requisitos ideais de uma medicação intracanal (NOSRAT, HOMAYOUNFAR e OLOOMI, 2012; BATUR, ERDEMIR e SANCAKLI, 2013).

Lang *et al.* (2006) mostraram que 71% das fraturas radiculares ocorreram após o tratamento endodôntico, concluindo mudanças na resistência da dentina. No estudo de Naseri *et al.* (2019), o  $\text{Ca(OH)}_2$ , quando utilizado por 4 semanas reduziu a microdureza dentinária mas em 1 semana já apresentou mudança na estrutura química superficial. E Valera *et al.* (2015) concluíram com seu estudo de trocas periódicas do  $\text{Ca(OH)}_2$ , que o produto leva à fragilidade dos dentes, independente da solução irrigadora utilizada.

Levando em consideração, as desvantagens apresentadas sobre o  $\text{Ca(OH)}_2$ , alternativas são estudadas para elevar a taxa de sucesso do tratamento endodôntico, a exemplo de MIC a base de Extrato de Semente de Uva, uma vez que Cecchin *et al.* (2015) recomendam o ESU para procedimentos endodônticos, como solução irrigadora pois tem boa atividade antimicrobiana e não interfere nas propriedades mecânicas da dentina.

### **2.3. Extrato de Semente de Uva (ESU)**

O extrato de semente de uva (ESU) é um extrato vegetal rico em proantocianidina (WU, 2009), extraído de partes de plantas como caules, frutos, sementes e flores (SARNI-MANCHADO, CHEYNIER e MOUTOUNET, 1999). Ele representa uma fonte abundante de complexo antimicrobiano natural, além da atividade terapêutica, sendo antioxidante,

antibacteriano, imunomodulador (BEDRAN-RUSSO *et al.*, 2014; FURIGA, ROQUES e BADET, 2014; KARYGIANNI *et al.*, 2015) e podendo, induzir a reticulação do colágeno da dentina (AL-AMMAR, DRUMMOND e BEDRAN-RUSSO, 2009).

A toxicidade do ESU para as células humanas é baixa (BAGCHI *et al.*, 2000; KATSUDA *et al.*, 2015; DOS SANTOS *et al.*, 2019) e possui forte atividade antimicrobiana contra uma ampla gama de microrganismos, incluindo o *E. faecalis* (FURIGA, ROQUES e BADET, 2014; CECCHIN *et al.*, 2015).

As propriedades antimicrobianas do ESU contra bactérias Gram-negativas e Gram-positivas já foram comprovadas, tendo sido estigmatizada a presença de compostos fenólicos, responsáveis por romper a parede celular e a membrana plasmática bacteriana (FURIGA, ROQUES e BADET, 2014; KARYGIANNI *et al.*, 2015; NASSIRI-ASL e HOSSEINZADEH, 2016).

Yang *et al.* (2020) concluíram que o ESU eliminou o biofilme do *E. faecalis* e melhorou a bioestabilidade da matriz de colágeno da dentina desmineralizada. Assim, validaram o conceito de aplicar esse agente natural como um irrigante endodôntico com capacidade de estabilização de colágeno de dentina.

Cecchin *et al.* (2015) utilizaram ESU e clorexidina (CHX), os quais apresentaram a menor média de contaminação ao *E. faecalis*, tendo-se mostrado mais eficazes do que o NaOCl e QMix. Quando estudadas as resistências flexural e coesiva da dentina, o ESU e CHX não apresentaram diferença estatística significativa em comparação ao grupo controle. Desse modo, as propriedades mecânicas da dentina não foram afetadas quando ESU e CHX foram utilizados na irrigação. Cecchin *et al.*, (2015)

ainda indicaram que o ESU pode ser utilizado como alternativa para irrigação no tratamento endodôntico, pois não interferiu com o colágeno dentinário, mantendo a qualidade do substrato de dentina para posterior obturação do canal radicular ou restauração do dente com materiais à base de resina.

O ESU não compromete as propriedades mecânicas da dentina quando aplicado como solução irrigadora (CECCHIN *et al.*, 2017), corroborando com os achados de Vidal *et al.* (2016), segundo os quais tal substância não interferiu nas propriedades mecânicas da dentina e tem sido usado para tratar dentina desmineralizada, melhorando as propriedades mecânicas e a estabilidade do tecido contra a degradação da colagenase. Da mesma forma, Yang *et al.* (2020) demonstraram que a proantocianidina pode melhorar as propriedades mecânicas e a resistência à biodegradação do colágeno dentinário desmineralizado.

O ESU não induz modificação na microdureza da dentina radicular quando utilizado como irrigante intracanal e apresenta alta atividade antimicrobiana, revelando maior descontaminação contra *E. faecalis* (TAFFAREL *et al.*, 2018). Quando utilizado como MIC, o ESU demonstrou potencial antimicrobiano contra *E. faecalis*, não influenciando na microdureza da dentina e preservando a alta resistência adesiva dos materiais obturadores da dentina radicular ao longo do tempo (SOUZA *et al.* 2020).

### 3. PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar *in vitro* o efeito do Extrato de Semente de Uva (ESU), comparado ao Hidróxido de Cálcio [Ca(OH)<sub>2</sub>] quando utilizados como medicação intracanal por 7, 15 e 30 dias, sobre as propriedades mecânicas e composição química da dentina por meio do teste de resistência à fratura da dentina radicular (RFrat), teste de resistência flexural da dentina (RFlex), módulo de elasticidade (ME), Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier (FTIR) e teste de resistência coesiva da dentina (RC).

Hipótese em estudo: Tanto o ESU quanto o Ca(OH)<sub>2</sub>, quando utilizados como medicação intracanal ao longo do tempo, interferem em algum grau nas propriedades mecânicas e composição química da dentina, porém o ESU apresenta resultados mais favoráveis.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. Seleção das Amostras

Ao todo, foram utilizados 96 dentes unirradiculares bovinos (Fig. 1). Tais dentes foram extraídos de carcaças de animais já abatidos para consumo de carne e derivados em frigorífico licenciado (Irmãos Callegaro S.A., Santo Ângelo, Rio Grande do Sul, Brasil), não necessitando de aprovação do Comitê de Ética de Uso em Animais (CEUA) para sua utilização.



*Figura 1. Dente unirradicular bovino íntegro. Fonte: Arquivo pessoal.*

Todos os dentes estavam íntegros, tendo sido logo extraídos e limpos com lâmina de bisturi nº 15 (Descarpack, São Paulo, São Paulo,

Brasil) após a extração armazenados em caixa de isopor com gelo e posteriormente congelados a 4°C por, no máximo, 3 meses antes de sua utilização.

#### 4.2. Medicções Intracanaais

Para o tratamento de amostras de dentina, foi utilizado o Hidróxido de Cálcio [Ca(OH)<sub>2</sub>] 99% em pó (Biodinamica, Ibiporã, Paraná, Brasil) (Fig. 2A) e o Extrato de Semente de Uva (ESU) 97% em pó (Shopping LINE, São Paulo, São Paulo, Brasil) (Fig. 2B), através de contato direto de 7, 15 ou 30 dias, a depender do grupo (Quadro 1).

*Quadro 1 - Divisão dos grupos de estudo.*

<b>Substâncias utilizadas como medicação intracanal (MIC)</b>	<b>Grupo</b>	<b>Tempo de Aplicação</b>
Soro Fisiológico 0,9%	GC	-
Hidróxido de Cálcio - Ca(OH) <sub>2</sub>	G1	7 dias
	G2	15 dias
	G3	30 dias
Extrato de Semente de Uva – ESU	G4	7 dias
	G5	15 dias
	G6	30 dias



*Figura 2. Apresentação comercial da Medicação Intracanal. A: Hidróxido de Cálcio. B: Extrato de Semente de Uva. Fonte: Arquivo pessoal.*

Como as substâncias foram utilizadas em forma de medicação intracanal, ambas foram manipuladas em uma placa de vidro com o auxílio de uma espátula nº 50 (SSWhite Duflex, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil) e como veículo foi utilizado soro fisiológico 0,9% a fim de serem obtidas pastas com a consistência de “massa de vidraceiro” (Fig. 3A e 3B).



*Figura 3. Medicação Intracanal após a manipulação. A: Hidróxido de Cálcio. B: Extrato de Semente de Uva. Fonte: Arquivo pessoal.*

### 4.3. Testes realizados no estudo

Para o estudo, foram realizados os seguintes testes: teste de resistência à fratura da dentina radicular (RFrat), teste de resistência flexural da dentina radicular (RFlex), módulo de elasticidade (ME), espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR) e teste de resistência coesiva da dentina radicular (RC), sendo 96 dentes utilizados no estudo e distribuídos entre os testes (Quadro 2).

*Quadro 2 – Quantitativo de dentes utilizados em cada teste.*

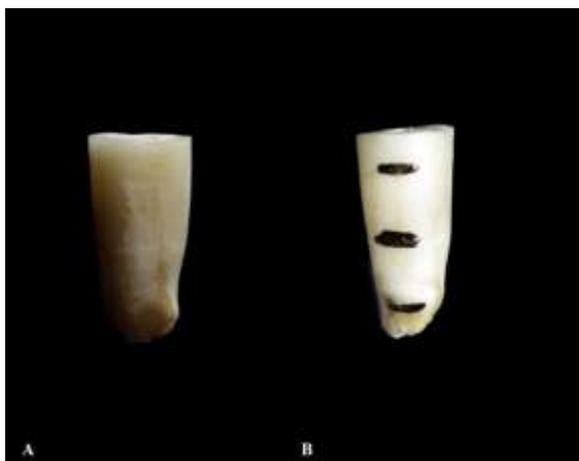
<b>Testes Realizados</b>	<b>Quantidade de Dentes</b>
Teste de Resistência à Fratura da Dentina Radicular (RFrat)	70 dentes
Teste de Resistência Flexural da Dentina Radicular (RFlex)	8 dentes
Módulo de Elasticidade (ME)	Mesmos dentes do RFlex
Teste de Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier (FTIR)	18 dentes
Teste de Resistência Coesiva da Dentina Radicular	Mesmos dentes do FTIR

#### 4.3.1. Teste de Resistência à Fratura da Dentina Radicular (RFrat)

Setenta dentes unirradiculares bovinos com ápice fechado foram seccionados da coroa usando uma Cortadeira Metalográfica (Biopdi, Vila

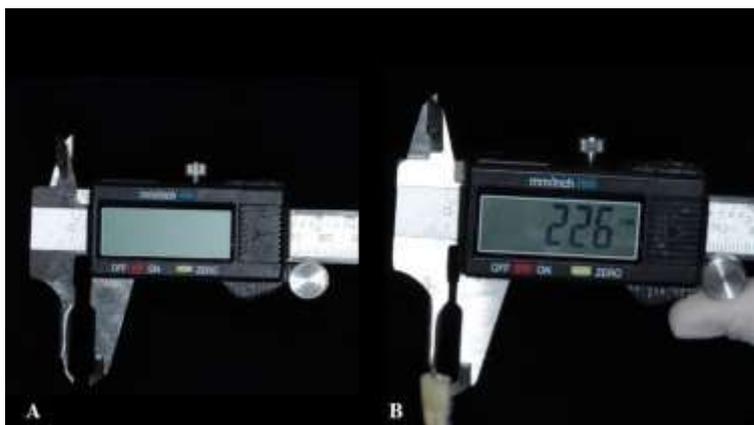
Mariana, São Paulo, Brasil) para obter raízes retas de 15 mm de comprimento (Fig. 4A).

Para padronização das raízes, foram realizadas marcações de referência nas superfícies radiculares por meio de uma caneta de retroprojektor, cuja localização foi determinada a partir da utilização de um paquímetro digital (Vonder, Curitiba, Paraná, Brasil). A primeira marcação foi realizada 2 mm abaixo do corte superior, a segunda marca foi feita 2 mm acima do ápice radicular, e a terceira marca na metade das distâncias, entre as duas marcas anteriores (Fig. 4B). Os dentes utilizados apresentavam um padrão de diâmetro vestibulo-lingual de 6,5 mm no terço cervical, 5,5 mm no terço médio e 4 mm do terço apical; e um padrão de diâmetro mesio-distal de 5,0 mm no terço cervical, 4,5 mm no terço médio e 3,5 mm no terço apical.



*Figura 4. Obtenção das amostras. A: Raiz com 15 mm de comprimento. B: Raiz com marcações de caneta de retroprojektor para padronização dos espécimes. Fonte: Arquivo pessoal.*

Os canais radiculares foram desgastados com o auxílio de uma broca diamantada cilíndrica nº 1090 (KG Sorensen, Cotia, São Paulo, Brasil), sob irrigação abundante. Durante esse procedimento, foram realizadas medições constantes com paquímetro digital adaptado para superfície interna dos canais (Fig. 5A), até a obtenção de paredes dentinárias de 1 mm de espessura em todas as raízes (Fig. 5B), sendo água destilada a substância utilizada para remover o material proveniente da preparação do canal radicular.



*Figura 5. Confeção das amostras. A: Paquímetro digital adaptado para realizar aferições intracanal. B: Mensuração da espessura da raiz. Fonte: Arquivo pessoal.*

Posteriormente, as raízes foram embebidas em resina acrílica (Clássico, Campo Limpo Paulista, São Paulo, Brasil) utilizando moldes cilíndricos plásticos de PVC (Tigre do Brasil, Osasco, São Paulo, Brasil)

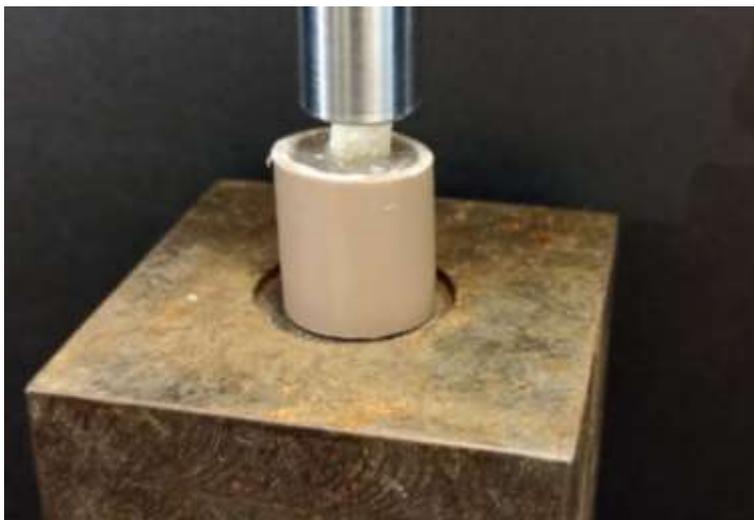
com  $\frac{1}{2}$  polegada de espessura e 20 mm de altura, mantendo uma exposição radicular de 3 mm para simular o espaço biológico (Fig. 6A).

A medicação intracanal de cada grupo foi inserida com o auxílio de uma broca lântulo de 21 mm nº 4 (Dentsply Sirona, York, Pensilvânia, EUA) (Fig. 6B) e após o preenchimento, uma bolinha de algodão estéril foi aplicada e a abertura superior selada com uma restauração provisória de cimento de ionômero de vidro restaurador (Maxxion R, FGM, Joinville, Santa Catarina, Brasil) (Figura 6C). Os dentes foram incubados a 37° e 100% de umidade durante os diferentes períodos de observação. Depois de cada período de observação, a medicação intracanal foi removida com irrigação abundante de soro fisiológico.



*Figura 6. Tratamento dos espécimes com as MICs em estudo A: Raiz incluída em cano de PVC com resina acrílica. B: Inserção da medicação intracanal com lântulo. C: Restauração provisória. Fonte: Arquivo pessoal.*

Após, os espécimes foram colocados na placa inferior da máquina universal de ensaios (Fig. 7) e uma carga compressiva foi aplicada verticalmente às superfícies coronais das raízes com uma velocidade de carregamento de 1 mm/minuto até a ocorrência da fratura. A carga em que ocorresse a fratura foi registrada e expressa em N.



*Figura 7. Teste de resistência à fratura. Fonte: Arquivo pessoal.*

#### **4.3.2. Teste de Resistência Flexural da Dentina Radicular (RFlex)**

Para a realização do teste de resistência à flexão, oito dentes bovinos foram segmentados das coroas com cortadeira metalográfica (Biopdi, Vila Mariana, São Paulo, Brasil) sob abundante refrigeração com água a uma velocidade de 250 rpm. Logo após, as raízes foram seccionadas pela mesma cortadeira, a fim de produzir palitos de dentina

em formato retangular com 5,0 mm de comprimento X 0,20 mm de espessura X 1,7 mm de largura (CECCHIN *et al.*, 2015; DURIGON *et al.*, 2020) (Fig. 8A, 8B e 8C).



Figura 8. Obtenção dos palitos de dentina. A: Cortes para obtenção de fragmentos de dentina. B: Fragmento de dentina. C: Amostra em forma de palito utilizada para o teste. Fonte: Arquivo pessoal.

Os palitos de dentina foram aleatoriamente divididos em grupos (n=10) de acordo com as medicações intracanaís e tempos de exposição estudados, tendo sido submersos e permanecido em contato com as MICs contidas em microtubos de polipropileno 1, 5 ml tipo *ependorf* (Kasvi, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) em estufa com temperatura de 37° e 100% de umidade, conforme descrito anteriormente. Ao término do período, os palitos foram irrigados com 5 mL de soro fisiológico de forma abundante para a remoção das medicações a fim de evitar a ação contínua das MICs nas superfícies dentinárias, de forma semelhante ao teste anterior.

O teste de resistência flexural foi realizado utilizando um dispositivo de três pontos em miniatura com uma extensão de suporte de 3 mm, tendo sido cada palito inserido no vão de suporte (Fig. 9). Uma carga foi aplicada na porção central do palito por meio de uma Máquina Universal de Ensaios (EMIC DL 2000), a uma velocidade de 0,5 mm/minuto até que ocorresse a fratura.



*Figura 9. Teste de resistência à flexão. Fonte: Arquivo pessoal.*

A resistência à flexão foi calculada usando a fórmula  $3PL/2bh^2$ , onde P = carga máxima até o momento da fratura (N), L = distância entre os pontos de apoio (mm), b = largura da amostra (mm) e h = altura da amostra (mm).

#### **4.3.3. Módulo de Elasticidade (ME)**

O módulo de elasticidade foi determinado com o auxílio dos resultados de carga da fratura do teste de resistência flexural, através da fórmula  $FL^3 / 4BH^3d$ , onde F = carga máxima (N), L = a distância entre o suporte, B = é a largura da amostra, H = é a altura da amostra e d = a deflexão (mm) correspondente à carga de F (RODRIGUES JUNIOR *et al.*, 2007).

#### **4.3.4. Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier (FTIR)**

Dezoito incisivos bovinos extraídos foram utilizados para o teste de FTIR, tendo sido obtidos 4 espécimes de cada dente. As coroas foram separadas das raízes e um novo corte no sentido do longo eixo do dente foi realizado na raiz de cada dente utilizando uma cortadeira metalográfica (Biopdi, São Carlos, São Paulo, Brasil) sob abundante refrigeração com água, a uma velocidade de 250 rpm, para obter duas metades do canal radicular. Cada metade foi seccionada no centro, perpendicularmente ao longo eixo e assim, os quatro espécimes foram obtidos de cada raiz, com espessura de 1 mm cada (Fig. 10A).

Manualmente, as amostras foram desgastadas sob irrigação abundante até atingir o formato de ampulheta (MARAFIGA *et al.* 2021), com broca diamantada cilíndrica nº 1090 (KG Sorensen, Cotia, São Paulo, Brasil), até a porção central apresentar área de aproximadamente 0,8 mm<sup>2</sup> (Fig. 10B e 10C).



Figura 10. Confecção das amostras em formato de ampulheta. A: Cortes perpendiculares ao longo eixo do dente. B: Espécimes da porção radicular. C: Desgaste com broca para obtenção da ampulheta. Fonte: Arquivo pessoal.

As extremidades das ampulhetas foram seladas com verniz (Acrilex, São Bernardo do Campo, São Paulo, Brasil) para evitar o contato com as medicações intracanaís, sendo que apenas a região central ficou em contato com a medicação estudada. Sendo assim, as amostras foram divididas aleatoriamente em sete grupos (n=10), de acordo com a medicação estudada e tempo de exposição durante o qual foram submersas nas MICs, período pelo qual foram acondicionadas em microtubos de polipropileno 1,5 ml tipo *eppendorf* (Kasvi, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) em estufa com temperatura de 37° e 100% de umidade. Um grupo controle foi idealizado, no qual as amostras não entraram em contato com as substâncias testadas. Após o período de contato, os espécimes foram irrigados abundantemente com 5 ml de água destilada para remoção da medicação intracanal, para que não ocorresse desmineralização constante da ampulheta de dentina (Fig. 11A e 11B).



*Figura 11. Tratamento dos espécimes com a medicação intracanal. A: microtubos de polipropileno com amostra submersa na medicação intracanal. B: Amostra irrigada com 5 mL de água destilada. Fonte: Arquivo pessoal.*

Os espectros de FTIR foram coletados para cada grupo, tendo sido obtidos entre 650 e 4000  $\text{cm}^{-1}$  resolução em 48 varreduras (espectrômetro Agilent Cary 630 FTIR, Santa Clara, California, EUA) para analisar e caracterizar a dentina (Fig. 12).

O espectro infravermelho é formado como consequência da absorção de radiação eletromagnética em frequências que se correlacionam com a vibração de ligações químicas de dentro de uma molécula. Assim, quando a radiação infravermelha é absorvida por uma molécula orgânica, ela é convertida em energia de vibração molecular, e o espectro reflete o movimento vibracional e geralmente aparece na forma

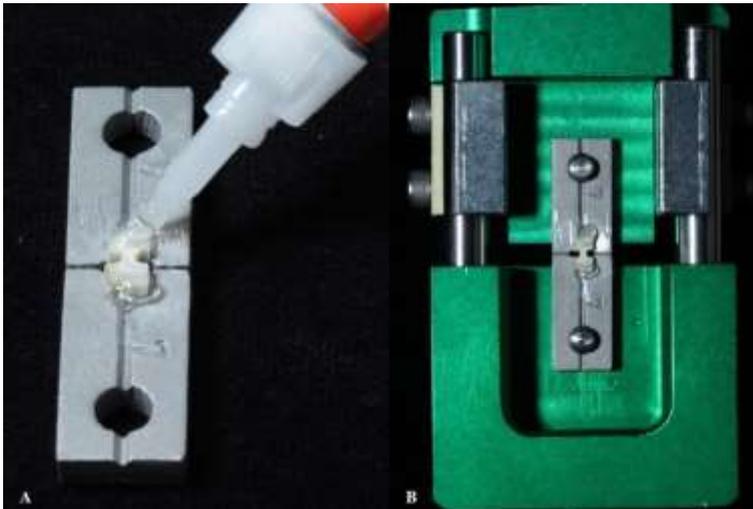
de bandas (WHITE, 1971). A faixa para a caracterização de compostos orgânicos é IV médio (4000 a 400 $\text{cm}^{-1}$ ) (SILVA JÚNIOR *et al.*, 2015).



*Figura 12. Espectrômetro Agilent. Fonte: Arquivo pessoal.*

#### **4.3.5. Teste de Resistência Coesiva da Dentina Radicular (RC)**

Para o teste de resistência coesiva também foram utilizados corpos-de-prova no formato de ampulhetas de dentina que já passaram pelo teste FTIR. Cada espécime foi fixado individualmente em um dispositivo de teste de microtração com um adesivo a base de cianoacrilato em gel (Loctite Super Bonder; Henkel Loctite Corporation, Rocky Hill, Connecticut, EUA) (Fig. 13A).



*Figura 13. Teste de microtração. A: Colagem da ampulheta no dispositivo de microtração. B: Dispositivo fixado na Máquina Universal de Ensaio para realização do teste de resistência coesiva. Fonte: Arquivo pessoal.*

O teste de microtração foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/minuto em uma Máquina Universal de Ensaio (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) (Fig. 13B). A força utilizada para a fratura para cada amostra foi registrada em Newtons (N) e transformada em Megapascal (MPa) pela fórmula:  $F/A$ . Onde F foi a força usada e A foi a área da ampulheta.

#### **4.4. Análise estatística**

Anteriormente à realização do estudo propriamente dito, foi realizado um estudo-piloto para obtenção de valores prévios e realização

de cálculo do tamanho amostral. Para tanto, 4 amostras em cada grupo foram utilizadas (43 dentes).

Para o teste de resistência coesiva, utilizando-se o Grupo Controle (dentina) X ESU 30 dias e  $n=10$ , obteve-se um poder de amostra 0,936289 e diferença máxima 45,66; para resistência flexural, obteve-se um poder de amostra 0,999892 e diferença máxima 203; para avaliação do módulo de elasticidade, obteve-se um poder de amostra 0,597047 e diferença máxima 0,352; por fim, para resistência à fratura radicular, obteve-se um poder de amostra de 0,989040 e diferença máxima 186,4.

Foi utilizado o teste ANOVA 1 fator, seguido pelo Teste de Dunnett para verificar se as medicações intracanalais (MICs) interferem nas propriedades da dentina, comparando o grupo controle com os grupos experimentais. Utilizou-se também o teste ANOVA 2 fatores, removendo o grupo controle da comparação, tendo-se considerado somente os grupos tratados por diferentes MICs, em diferentes intervalos de tempo.

O teste de igualdade de variância não mostrou diferença estatística para nenhum dos grupos, tendo permitido a aplicação do teste ANOVA. Todas as análises foram realizadas tendo-se considerado  $p \leq 0,05$ . Para o teste FTIR optou-se pelo teste não paramétrico de Kruskal-Wallis, seguido do Teste de Dunnett  $\alpha=0,05$ .

## 5. RESULTADOS

Após a realização dos testes propostos para o estudo, foram obtidos os seguintes resultados:

### 5.1. Teste de Resistência à Fratura da Dentina Radicular

Notou-se diferença de resistência à fratura radicular entre os grupos tratados com medicação e o Grupo Controle (dentina), o qual se mostrou mais resistente que os grupos expostos a medicações intracanaais em todos tempos de exposição (Tab. 1 e Fig. 14).

*Tabela 1 – Comparação entre o Grupo Controle (GC) com todos os demais grupos expostos a MICs relativamente à resistência à fratura radicular.*

Grupo	N	Média	Agrupamento
Dentina (GC)	10	624,2	A
ESU 7 dias (G4)	10	530,6	
ESU 15 dias (G5)	10	520,1	
ESU 30 dias (G6)	10	437,8	
Ca(OH) <sub>2</sub> 7 dias (G1)	10	426,0	
Ca(OH) <sub>2</sub> 15 dias (G2)	10	351,6	
Ca(OH) <sub>2</sub> 30 dias (G3)	10	343,2	

*As médias não rotuladas com a letra A são significativamente diferentes da média do nível de controle.*

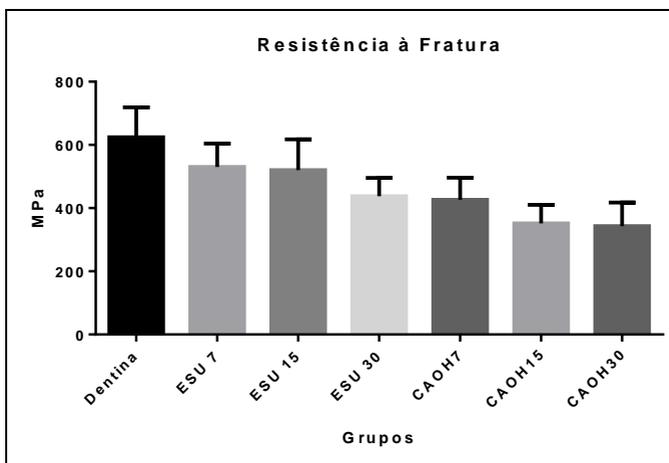


Figura 14. Valores de resistência à fratura radicular nos diferentes grupos estudados

Na Tabela 2, pode-se observar as comparações entre as substâncias e os tempos para a resistência à fratura da dentina, seguidas do agrupamento estatístico, desconsiderando o grupo controle. A Análise de Variância por 2-fatores demonstrou significância para os fatores substância ( $p=0,000$ ), tempo ( $p=0,002$ ), mas não para a interação ( $p=0,234$ ).

*Tabela 2 – Comparações Pareadas de Tukey: Substância X Tempo em relação à resistência à fratura radicular. Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%.*

<u>Substância*Tempo</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
ESU 7 dias (G4)	10	530,62	A
ESU 15 dias (G5)	10	520,09	A B
ESU 30 dias (G6)	10	437,82	A B C
Ca(OH) <sub>2</sub> 7 dias (G1)	10	426,00	B C
Ca(OH) <sub>2</sub> 15 dias (G2)	10	351,62	C
Ca(OH) <sub>2</sub> 30 dias (G3)	10	343,21	C

*Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.*

## **5.2. Teste de Resistência Flexural da Dentina Radicular**

Notou-se haver diferença de resistência flexural entre os grupos tratados com medicação e o Grupo Controle (dentina), o qual se mostrou mais resistente que os grupos expostos a medicações intracanaais em todos tempos de exposição (Tab. 3 e Fig. 15).

*Tabela 3 – Comparação entre o Grupo Controle (GC) com todos os demais grupos expostos a MICs relativamente à resistência flexural.*

<u>Grupo</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
Dentina (GC)	10	597,6	A
ESU 7 dias (G4)	10	431,6	
ESU 15 dias (G5)	10	421,5	
ESU 30 dias (G6)	10	394,6	
Ca(OH) <sub>2</sub> 7 dias (G1)	10	381,50	
Ca(OH) <sub>2</sub> 15 dias (G2)	10	368,3	
Ca(OH) <sub>2</sub> 30 dias (G3)	10	349,5	

*As médias não rotuladas com a letra A são significativamente diferentes da média do nível de controle (ANOVA 1 fator seguido por teste de Dunnnett;  $p \leq 0,05$ ).*

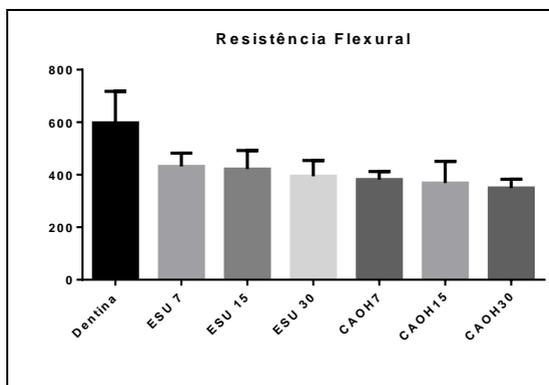


Figura 15. Valores de resistência flexural nos diferentes grupos estudados.

Na Tabela 4, pode-se observar as comparações entre as substâncias e os tempos para a resistência flexural da dentina, seguidas do agrupamento estatístico, desconsiderando o grupo controle. A Análise de Variância por 2-fatores demonstrou significância para o fator substância ( $p=0,002$ ), mas não para o tempo ( $p=0,169$ ) nem para a interação ( $p=0,975$ ).

Tabela 4 – Comparações Pareadas de Tukey: Substância X Tempo em relação à resistência flexural da dentina. Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%.

Substância*Tempo	N	Média	Agrupamento	
ESU 7 dias (G4)	10	431,592	A	
ESU 15 dias (G5)	10	421,500	A	B
ESU 30 dias (G6)	10	394,643	A	B
Ca(OH) <sub>2</sub> 7 dias (G1)	10	381,496	A	B
Ca(OH) <sub>2</sub> 15 dias (G2)	10	368,261	A	B
Ca(OH) <sub>2</sub> 30 dias (G3)	10	349,489		B

Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%. Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.

### 5.3. Módulo de Elasticidade

Notou-se que o módulo de elasticidade do Grupo Controle (dentina) foi semelhante ao módulo de elasticidade dos grupos tratados com MIC a base de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  e diferente dos grupos tratados com MIC a base de ESU (Tab. 5 e Fig. 16).

*Tabela 5 – Comparação entre o Grupo Controle (GC) com todos os demais grupos expostos a MICs relativamente ao módulo de elasticidade da dentina.*

Grupo	N	Média	Agrupamento
Dentina (GC)	10	2,022	A
$\text{Ca}(\text{OH})_2$ 7 dias (G1)	10	1,7628	A
$\text{Ca}(\text{OH})_2$ 30 dias (G3)	10	1,7576	A
$\text{Ca}(\text{OH})_2$ 15 dias (G2)	10	1,7461	A
ESU 30 dias (G6)	10	1,6686	
ESU 15 dias (G5)	10	1,6569	
ESU 7 dias (G4)	10	1,6500	

*As médias não rotuladas com a letra A são significativamente diferentes da média do nível de controle.*

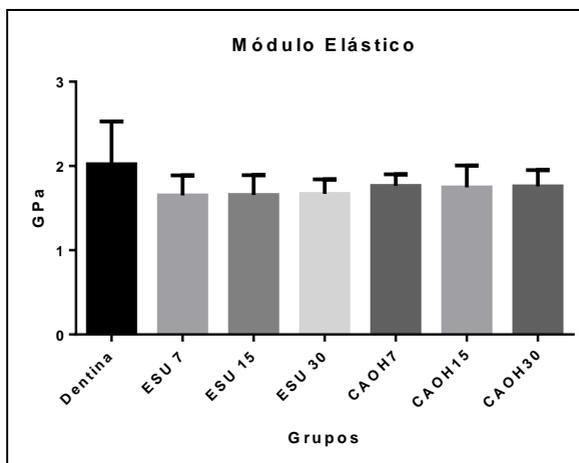


Figura 16. Valores de módulo de elasticidade nos diferentes grupos estudados.

Na Tabela 6, pode-se observar as comparações entre as substâncias e os tempos para o módulo elástico da dentina, seguidas do agrupamento estatístico, desconsiderando o grupo controle. A Análise de Variância por 2-fatores demonstrou ausência de significância para os fatores substância ( $p=0,08$ ), tempo ( $p=0,985$ ) e interação ( $p=0,979$ ).

*Tabela 6 – Comparações Pareadas de Tukey: Substância X Tempo em relação ao módulo de elasticidade da dentina. Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%.*

<u>Substância*Tempo</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
Ca(OH) <sub>2</sub> 7 dias (G1)	10	1,76282	A
Ca(OH) <sub>2</sub> 30 dias (G3)	10	1,75758	A
Ca(OH) <sub>2</sub> 15 dias (G2)	10	1,74608	A
ESU 30 dias (G6)	10	1,66856	A
ESU 15 dias (G5)	10	1,65694	A
ESU 7 dias (G4)	10	1,65002	A

*Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%. Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.*

#### **5.4. Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier (FTIR)**

Os resultados do FTIR são apresentados na Tabela 7 e na Figura 17. Os grupos com hidróxido de cálcio apresentaram os maiores valores na relação apatita/colágeno não demonstrando diferença estatística significativa entre os tempos de 7, 15 e 30 dias. Os grupos com extrato de semente de uva demonstraram valores mais baixos comparados ao hidróxido de cálcio e foram estatisticamente semelhantes ao grupo controle. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os tempos testados.

Tabela 7 – Relação apatita/colágeno dos grupos testados.

Grupo	(Média ± DP)
Dentina (GC)	1,3 ± 0,4 <sup>C</sup>
ESU 7 dias (G4)	1,9 ± 0,2 <sup>BC</sup>
ESU 15 dias (G5)	1,1 ± 0,3 <sup>C</sup>
ESU 30 dias (G6)	1,6 ± 0,2 <sup>C</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 7 dias (G1)	4,1 ± 1,2 <sup>AB</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 15 dias (G2)	6,6 ± 2,0 <sup>A</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 30 dias (G3)	5,2 ± 1,1 <sup>AB</sup>

Letras diferentes indicam diferença estatística significativa ( $p \leq 0,05$ ).

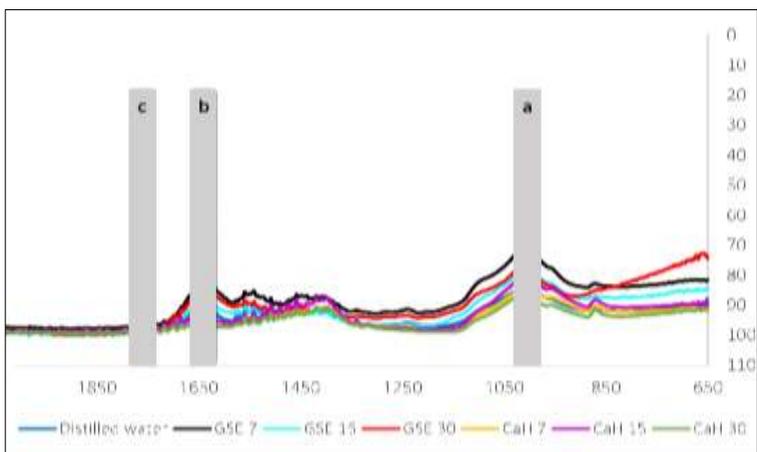


Figura 17. Resultados de FTIR após o contato com as medicações intracanalais nos tempos de exposição de 7, 15 e 30 dias. Picos de fosfato (a), amido (b) e ponto de estabilização da curva (c).

## 5.5. Teste de Resistência Coesiva da Dentina Radicular

Notou-se diferença de resistência coesiva entre os grupos tratados com medicação e o Grupo Controle (dentina), o qual se mostrou mais resistente que os grupos expostos a medicações intracanaís em todos tempos de exposição (Tab. 8 e Fig. 18).

*Tabela 8 – Comparação entre o Grupo Controle (GC) com todos os demais grupos expostos a MICs relativamente à resistência coesiva.*

Grupo	N	Média	Agrupamento
Dentina (GC)	10	127,4	A
ESU 30 dias (G6)	10	81,74	
ESU 7 dias (G4)	10	64,94	
ESU 15 dias (G5)	10	57,87	
Ca(OH) <sub>2</sub> 30 dias (G3)	10	45,03	
Ca(OH) <sub>2</sub> 15 dias (G2)	10	37,92	
Ca(OH) <sub>2</sub> 7 dias (G1)	10	35,32	

*As médias não rotuladas com a letra A são significativamente diferentes da média do nível de controle (ANOVA Ifator seguido por teste de Dunnett;  $p \leq 0,05$ ).*

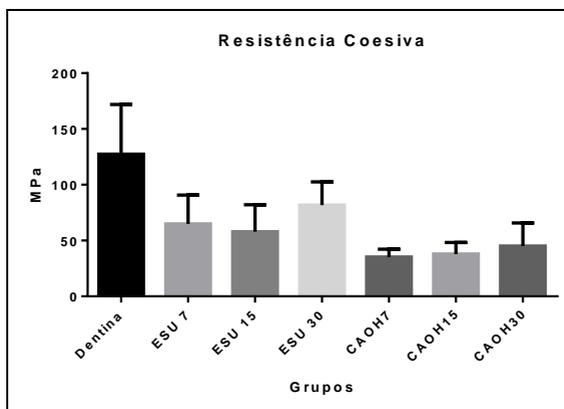


Figura 18. Valores de resistência coesiva nos diferentes grupos estudados.

Na Tabela 9, pode-se observar as comparações entre as substâncias e os tempos para a resistência coesiva, seguidas do agrupamento estatístico, desconsiderando o grupo controle. A Análise de Variância por 2-fatores demonstrou significância para o fator substância ( $p=0,000$ ) e tempo ( $p=0,031$ ), não havendo significância para a interação entre eles ( $p=0,399$ ).

*Tabela 9 – Comparações Pareadas de Tukey: Substância X Tempo em relação à resistência coesiva da dentina. Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%.*

<u>Substância*Tempo</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
ESU 30 dias (G6)	10	81,7425	A
ESU 7 dias (G4)	10	64,9387	A B
ESU 15 dias (G5)	10	57,8687	A B C
Ca(OH) <sub>2</sub> 30 dias (G3)	10	45,0300	B C
Ca(OH) <sub>2</sub> 15 dias (G2)	10	37,9163	C
Ca(OH) <sub>2</sub> 7 dias (G1)	10	35,3238	C

*Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%. Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.*

## 6. DISCUSSÃO

As medicações intracanal (MIC) são fortemente recomendadas para melhorar a desinfecção do canal radicular (SAARAF *et al.*, 2019), podendo ser consideradas ferramentas importantes durante o tratamento endodôntico para a eliminação de microrganismos e detritos (TURK e FIDLER, 2016). No entanto, Zare Jahromi *et al.* (2017) demonstraram que o medicamento intracanal pode afetar negativamente a dentina, devido às alterações causadas na estrutura. Assim, é importante que se busquem, como realizado em nossa pesquisa, MICs e tempos de aplicação alternativos, que influenciem o mínimo possível nas propriedades dentinárias.

A partir dos resultados obtidos, pode-se afirmar que a hipótese do estudo foi aceita, uma vez que tanto o SEU quanto o  $\text{Ca(OH)}_2$ , quando utilizados como MIC, interferiram em algum grau nas propriedades mecânicas, porém o ESU apresenta resultados mais favoráveis. Tal afirmação se fundamenta no estudo de Vidal *et al.* (2016), segundo o qual as proantocianidinas derivadas de plantas, a exemplo do ESU, têm a capacidade de imitar diferentes níveis de colágeno, resultando no aprimoramento da biomecânica e bioestabilidade de tecidos como a dentina.

O colágeno presente na dentina em sua maioria é do tipo I, rico em prolina, responsável pela rigidez e estabilidade (PIESCO, 2005). A ocorrência de interação de proteínas do colágeno e as proteínas existentes

no ESU ocorrem por meio de ligações de pontes de hidrogênio, iônicas, covalentes ou ainda ligações hidrofóbicas (CASTELLAN *et al.*, 2010a), que são chamadas de ligações cruzadas. No colágeno a ligação é dada pela proteína (amina) com a hidroxila fenólica do ESU (GENROSA, SUPRASTIWI e ASRIANTI, 2017). Também é importante lembrar que o ESU age estabilizando a colagenase, enzima que degrada o colágeno (KALRA *et al.*, 2013) e dessa forma, melhora as propriedades mecânicas da dentina (BEDRAN-RUSSO *et al.*, 2008; BEDRAN-RUSSO *et al.*, 2010). Na ocorrência de desmineralização, a rede de colágeno fica exposta e com o uso de ESU sobre o colágeno desmineralizado, existe o aumento das ligações cruzadas, aumentando sua rigidez (BEDRAN-RUSSO *et al.*, 2007; SUGIONO, ASRIANTI e MEUDYAWATI, 2018). Em nossa pesquisa, apesar da aplicação das MICs ter ocorrido em dentina não desmineralizada, notou-se uma ação mais favorável do ESU quando comparado ao  $\text{Ca(OH)}_2$ , ao se avaliarem os testes RFrat, RFlex e RC. Contudo, os resultados do FTIR demonstraram uma relação apatita/colágeno maior nos grupos com  $\text{Ca(OH)}_2$ . Assim, pode-se dizer que não houve consonância dos resultados do FTIR com os resultados dos testes mecânicos realizados no presente estudo.

Notou-se que o tempo da utilização das MICs influenciou no prejuízo das propriedades dentinárias nos testes de RFrat e RC, sempre reportando o  $\text{Ca(OH)}_2$  como a MIC menos favorável. Tais resultados corroboram com os achados de Yassen e Platt (2012), os quais sugerem que a exposição prolongada a  $\text{Ca(OH)}_2$  pode enfraquecer a dentina, tornando assim as raízes mais susceptíveis à fratura. Da mesma forma, Turk e Fidler (2016) reportam que a aplicação de  $\text{Ca(OH)}_2$  por mais de 4 semanas tem efeito negativo sobre a força de união à dentina, fato que

pode aumentar o risco de fraturas dentárias. Segundo Koshy, Prabu e Prabhakar (2011) e Paulo *et al.* (2013), o enfraquecimento causado pelo  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  na dentina radicular ainda não está completamente compreendido. Uma hipótese é que provavelmente ocorra por uma ação de tal substância na matriz orgânica da dentina, determinada pelas fibras colágenas. O  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  causaria a ruptura da ligação entre essas fibras e a hidroxiapatita (porção inorgânica da dentina) devido a sua alta alcalinidade, desencadeando a desnaturação das proteínas e proteoglicanos que fazem essa ligação. Esses fatores tornariam a estrutura dentinária mais dura, menos flexível e, conseqüentemente, mais friável.

Em nosso estudo, os valores do teste de RFract foram maiores para o GC. Em tal teste, se nota a MIC a base de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  apresentando os resultados menos favoráveis, agravando-se com o passar do tempo. Nossos achados vêm ao encontro do relatado por Hoffmann *et al.* (2021), que realizaram um estudo *in vitro* avaliando o efeito de diferentes períodos de aplicação intracanal de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  na resistência à compressão da dentina radicular de oitenta pré-molares inferiores, cujos resultados indicaram que o uso de tal substância como MIC por períodos de 14 e 90 dias reduziu a resistência à fratura da dentina radicular.

Quanto aos achados no teste de RFlex, pode-se observar que comparando as substâncias estudadas em relação ao tempo de utilização, o ESU quando utilizado por 7, 15 e 30 dias, foi semelhante ao  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  nos períodos de 7 e 15 dias. O tratamento com  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  por 30 dias apresentou os menores valores de resistência flexural, corroborando com Cvek (1992), que relatam a diminuição da resistência à fratura da dentina radicular quando o  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  foi utilizado como curativo por longo período de tempo.

Os resultados do teste de ME da dentina neste experimento permitem concluir que, independentemente do tempo testado, os grupos tratados com ambas as MICs apresentaram módulo de elasticidade estatisticamente semelhantes. Castellan *et al.* (2010b), ao caracterizarem as propriedades da matriz de dentina tratada com proantocianidinas, notaram um aumento no módulo de elasticidade da dentina desmineralizada com o aumento do tempo de exposição. Tal discrepância de resultados provavelmente se deva ao fato de que no presente estudo o ESU foi aplicado em dentina não desmineralizada, contrariamente ao que ocorreu no trabalho de Castellan *et al.* (2010b).

Ao se analisar os resultados do teste de FTIR, observou-se que a MIC a base de ESU embora tenha sido semelhante ao grupo controle (água destilada) demonstrou resultados inferiores aos apresentados pelo  $\text{Ca(OH)}_2$ . Além disso, não houve diferença entre os tempos avaliados. Estes achados são divergentes de Yang *et al.* (2020), que ao avaliarem as propriedades químicas (FTIR) e viscoelásticas da dentina após diferentes tempos de exposição a soluções de NaOCl 5,25%, EDTA 17% e  $\text{Ca(OH)}_2$ , afirmam que a exposição da dentina ao  $\text{Ca(OH)}_2$  por 7 dias reduziu o comportamento viscoelástico, inferindo maior potencial de falha por fadiga. Al-Hiyasat, El-Farraj e Alebrahim (2021) avaliaram o efeito do  $\text{Ca(OH)}_2$  na composição dentinária e na resistência à fratura radicular utilizando-se de microscopia eletrônica de varredura, FTIR e difração de raios-X. Os autores concluíram que o  $\text{Ca(OH)}_2$  reduziu significativamente a resistência à fratura das raízes ao longo do tempo e que a exposição a tal produto reduziu a razão mineral/matriz e a cristalinidade da dentina. Contudo, conforme relatado por Oelichmann (1989) os resultados do FTIR devem ser considerados com cautela pois a profundidade de

penetração da radiação IR no método de reflexão total atenuada é da ordem de alguns microns. Além disso, os resultados do FTIR foram validados usando o teste de flexão de 3 pontos, fato este que também pode ser transferido ao presente trabalho.

No teste de RC, o GC apresentou os maiores valores, seguido pelos grupos ESU e pelos grupos tratados com  $\text{Ca(OH)}_2$ , que apresentaram os resultados menos favoráveis. A resistência coesiva exerce uma função essencial na manutenção das propriedades estruturais da dentina radicular. Uma redução significativa desta propriedade mecânica pode aumentar a fragilidade da dentina radicular e as chances de ocorrer uma fratura vertical na raiz do elemento dentário (QUIAN, SHEIN e HAAPASALO, 2011). Neste cenário, é imprescindível que avaliações da resistência coesiva da dentina radicular sejam realizadas após o tratamento com diferentes protocolos de MIC. No presente estudo, a avaliação da resistência coesiva da dentina radicular foi realizada de acordo com estudo prévio de Marafiga *et al.* (2021), onde ampulhetas da dentina radicular foram confeccionadas, sendo submetidas ao tratamento com diferentes irrigantes finais e, posteriormente, ao teste de tracionamento em máquina de ensaio universal. A partir da presente avaliação quantitativa, se obtiveram os valores de resistência coesiva para elucidar a influência do ESU e do  $\text{Ca(OH)}_2$  na estrutura mecânica da dentina radicular. Pode-se ainda pontuar que nossos resultados vêm ao encontro de trabalhos anteriores que utilizaram ESU como solução irrigante dos canais radiculares (CECCHIN *et al.*, 2015), demonstrando que esta substância não interfere negativamente na resistência à tração da dentina radicular.

Apesar dos achados da presente pesquisa, vale salientar que mais estudos devem ser realizados, uma vez que o presente experimento foi realizado *in vitro*, utilizando-se de dentes bovinos e com um formato restrito das amostras. Além disso, Akman *et al.* (2016) também relatam que existe a possibilidade de alterações anatômicas, como a variação dos dentes, que pode contribuir de maneira significativa no efeito de medicamentos intracanalais. Cecchin *et al.* (2015) sugeriram um possível escurecimento dental após o uso do ESU como MIC; assim, seria interessante que novas pesquisas avaliando a cor das amostras também fossem realizadas.

## 7. CONCLUSÕES

Conforme os resultados obtidos e levando em consideração as limitações do presente estudo, pode-se concluir que:

- Quando utilizados como MIC, tanto o ESU quanto o  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  interferem nas propriedades mecânicas da dentina;

- A análise dos dados obtidos pelos testes de resistência à fratura, resistência flexural e resistência coesiva da dentina radicular permitem concluir que a MIC a base de ESU interfere menos nas propriedades mecânicas da dentina quando comparada ao  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ;

- O tempo da utilização das MICs interferiu significativamente nos testes de resistência à fratura radicular e resistência coesiva;

- As MICs e o tempo de aplicação das mesmas não interferem no módulo de elasticidade (ME) da dentina.

- Os resultados do FTIR demonstraram uma relação apatita/colágeno maior nos grupos com hidróxido de cálcio;

- Não houve concordância dos resultados do FTIR com os resultados dos testes mecânicos.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AKCAY, M.; ARSLAN, H.; TOPCUOGLU, H. S.; TUNCAY, O. Effect of calcium hydroxide and double and triple antibiotic pastes on the bond strength of epoxy resin-based sealer to root canal dentin. *Journal of Endodontics*, v. 40, n. 1, p. 1663 – 1667, 2014.

AKMAN, M.; AKBULUT, M. B.; GÜNES, E. R., ELDENIZ, A. Ü. Effect of intracanal medicaments on the push-out bond strength of biodentine in comparison with bioaggregate apical plugs. *Journal of Adhesion Science and technology*, v. 30, n. 1, p. 459 – 467, 2016.

AL-AMMAR, A.; DRUMMOND, J. L.; BEDRAN-RUSSO, A. K. The use of collagen cross-linking agents to enhance dentin bond strength. *Journal of Biomedical Materials Research Applied Biomaterials*, v. 91, n. 1, p. 419 – 424, 2009.

AL-HIYASAT, A. S.; EL-FARRAJ, H. S.; ALEBRAHIM, M. A. The effect of calcium hydroxide on dentine composition and root fracture resistance of human teeth: An *in vitro* study. *European Journal of Oral Sciences*, v. 129, n. 4, p. 1 – 9, 2021.

AMIN, S. A.; SEYAM, R. S.; EL-SAMMAN, M. A. The effect of prior calcium hydroxide intracanal placement on the bond strength of two calcium silicate-based and an epoxy resin-based endodontic sealer. *Journal of Endodontics*, v. 38, n. 1, p. 696 – 600, 2012.

ANDERSEN, M.; LUND, A.; ANDREASEN, J. O.; ANDREASEN, F. M. *In vitro* solidity of human pulp tissue in calcium hydroxide and sodium hypochlorite. *Endodontics e Dental Traumatology*, v. 8, n. 1, p. 104 – 108, 1992.

ANDREASEN, J. O.; FARIK, B.; MUNKSGAARD, E. C. Long-term calcium hydroxide as a root canal dressing may increase risk of root fracture. *Dental Traumatology*, v. 18, n. 1, p. 134 – 137, 2002.

ASLANTAS, E. E.; BUZOGLU, H. D.; ALTUNDASAR, E.; SERPER, A. Effect of EDTA, sodium hypochlorite, and chlorhexidine gluconate with or without surface modifiers on dentin microhardness. *Journal of Endodontics*, v. 40, n. 1, p. 876 – 879, 2014.

AYAD, M. F.; BAHANNAN, S. A.; ROSENSTIEL, S. F. Influence of irrigant, dowel type, and root-reinforcing material on fracture resistance of thin-walled endodontically treated teeth. *Journal of Prosthodontics*, v. 20, n. 1, p. 180 – 189, 2011.

BAGCHI, D.; BAGCHI, M.; STOHS, S. J.; DAS, D. K.; RAY, S. D.; KUSZYNSKI, C. A.; JOSHI, S. S.; PRUESS, H. G. Free radicals and grape seed proanthocyanidin extract: importance in human health and disease prevention. *Toxicology*, v. 148, n. 1, p. 187 – 197, 2000.

BATUR, Y. B.; ERDEMIR, U.; SANCAKLI, H. S. The long-term effect of calcium hydroxide application on dentin fracture strength of endodontically treated teeth. *Dental Traumatology*, v. 29, n. 1, p. 461 – 464, 2013.

BEDRAN-RUSSO, A. K.; PEREIRA, P. N. R.; DUARTE, W. R.; DRUMMOND, J. L.; YAMAUCHI, M. Application of cross linkers to dentin collagen enhances the ultimate tensile strength. *Journal of Biomedical Materials Research – Part B Applied Biomaterials*, v. 80, n. 1, p. 268 – 272, 2007.

BEDRAN-RUSSO, A. K.; PASHLEY, D. H.; AGEE, K.; DRUMMOND, J. L.; MIESCKE, K. J. Changes in stiffness of demineralized dentin following application of collagen cross-linkers. *Journal of Biomedical Materials Research – Part B Applied Biomaterials*, v. 86, n. 1, p. 330 – 334, 2008.

BEDRAN-RUSSO, A. K.; VIDAL, C. M.; DOS SANTOS, P. H.; CASTELLAN, C. S. Long-term effect of carbodiimide on dentin matrix and resin-dentin bonds. *Journal of Biomedical Materials Research Part B Applied Biomaterials*, v. 94, n. 1, p. 250 – 255, 2010.

BEDRAN-RUSSO, A. K.; PAULI, G. F.; CHEN, S. N.; MCALPINE, J.; CASTELLAN, C. S.; PHANSALKAR, R. S.; AGUIAR, T. R.; VIDAL, C. M. P.; NAPOTILANO, J. G.; NAM, J. LEME, A. A. Dentin biomodification: strategies, renewable resources and clinical applications. *Dental Materials*, v. 30, n. 1, p. 62 – 76, 2014.

BYSTRÖM, A.; SUNDQVIST, G. Bacteriologic evaluation of the efficacy of mechanical root canal instrumentation in endodontic therapy. *Scandinavian Journal of Dental Research*, v. 89, n. 1, p. 321 – 228, 1981.

BYSTRÖM, A.; CLAESSION, R.; SUNDQVIST, G. The antibacterial effect of camphorated paramonochlorophenol, camphorated phenol and calcium hydroxide in the treatment of infected root canals. *Dental Traumatology*, v. 1, n. 5, p. 170 – 175, 1985.

CASTELLAN, C. S.; PEREIRA, P. N.; VIANA, G.; CHEN, S. N.; PAULI, G. F.; BEDRAN-RUSSO, A. K. Solubility study of phytochemical cross-linking agents on dentin stiffness. *Journal of Dentistry*, v. 38, n. 5, p. 431 – 436, 2010.”a”

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

CECCHIN, D.; FARINA, A. P.; SOUZA, M. A.; ALBARELLO, L. A.; SCHNEIDER, A. P.; VIDAL, C. M. P.; BEDRAN-RUSSO, A. K. Evaluation of antimicrobial effectiveness and dentine mechanical properties after use of chemical and natural auxiliary irrigants. *Journal of Dentistry*, v. 43, n. 6, p. 695 – 702, 2015.

CECCHIN, D.; GIARETTA, V. S.; CADORIN, B. G.; SOUZA, M. A.; VIDAL, C. M. P.; FARINA, A. P. Effect of synthetic and natural-derived novel endodontic irrigant solutions n mechanical properties of human dentin. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, v. 28, n. 141, p. 1 – 6, 2017.

CHALA, S.; ABOUQAL, R.; RIDA, S. Apexification of immature teeth with calcium hydroxide or mineral trioxide aggregate: systematic review and meta-analysis. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*, v. 112, n. 4, p. 36 – 42, 2011.

CHONG, B. S.; PITT FORD, T. R The role of intracanal medication in root canal treatment. *International Endodontic Journal*, v. 25, n. 1, p. 97 – 106, 1992.

CVEK, M. Treatment of non-vital permanent incisors with calcium hydroxide. Effect on external root resorption in luxated teeth compared with effect of root filling with gutta-percha. A follow-up. *Odontol Revy*, v. 24, n. 1, p. 343 – 354, 1973.

CVEK, M. Prognosis of luxated non-vital maxillary incisors treated with calcium hydroxide and filled with guttapercha. *Endodontic Dental Traumatology*, v. 8, n. 1, p. 45 – 55, 1992.

DELGADO, R. J.; GASPAROTO, T. H.; SIPERT, C. R.; PINHEIRO, C. R.; MORAES, I. G.; GARCIA, R. B.; DUARTE, M. A. H.; BRAMANTE, C. M.; TORRES, S. A.; GARLET, G. P.; CAMPANELLI, A. P.; BERNARDINELLI, N. Antimicrobial activity of calcium hydroxide and chlorhexidine on intratubular *Candida albicans*. *Internacional Journal Oral Science*, v. 5, n. 1, p. 32 – 36, 2013.

DOS SANTOS, A. F.; PACHECO, J. M.; SILVA, P. A. O.; BEDRAN-RUSSO, A. K.; REZENDE, T. M. B.; PEREIRA, P. N. R.; RIBEIRO, A. P. D. Direct and transdentinal biostimulatory effects of grape seed extract

rich in proanthocyanidin on pulp cells. *International Endodontics Journal*, v. 52, n. 4, p. 424 – 438, 2019.

DURIGON, M.; CECCHIN, D.; DE CARLI, J. P.; SOUZA, M. A.; FARINA, A. P. Could calcium hypochlorite and grape seed extract keep the mechanical properties of root dentin and fracture resistance of weakened roots? *Journal of the Mechanical behavior of Biomedical Materials*, v. 106, n. 1, p. 1 – 8, 2020.

EL KARIM, I.; KENNEDY, J.; HUSSEY, D. The antimicrobial effects of root canal irrigation and medication. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology*, v. 103, n. 4, p. 560 – 569, 2007.

ESTRELA, C.; SYDNEY, G. B.; BAMMANN, L. L.; FELIPPE, O. Mechanism of action of calcium and hydroxyl ions of calcium hydroxide on tissue and bacteria. *Brazilian Dental Journal*, v. 6, n. 1, p. 85 – 90, 1995.

FARHAD, A.; MOHAMMADI, Z. Calcium hydroxide: a review. *International Dental Journal*, v. 55, n. 1, p. 293 – 301, 2005.

FRANK, A. L. Therapy for the divergent pulpless tooth by continued apical formation. *The Journal of the American Dental Association*, v. 72, n. 1, p. 87 – 93, 1966.

FREEMAN, B. A.; CRAPO, J. D. Biology of disease. Free radicals and tissue injury. *Laboratory Investigation*, v. 47, n. 1, p. 412 – 425, 1982.

FURIGA, A.; ROQUES, C.; BADET, C. Preventive effects of an original combination of grape seed polyphenols with amine fluoride on dental biofilm formation and oxidative damage by oral bacteria. *Journal of Applied Microbiology*, v. 116, n. 4, p. 761 – 771, 2014.

GENROSA, D. M.; SUPRASTIWI, E.; ASRIANTI, D. Effect of grape seed extract against biodegradation of composite resin-dentin shear bond strength. *Journal of Physics*, v. 884, n. 1, p. 1 – 6, 2017.

GIARDINO, L.; ESTRELA, C.; MOHAMMDI, Z.; PALZZI, F. Antibacterial Power of Sodium Hypochlorite Combined with Surfactants and Acetic Acid. *Brazilian Dental Journal*, v. 25, n. 4, p. 289 – 294, 2014.

GOMES, B. P. F. A.; VIANNA, M. E.; ZAIA, A. A.; ALMEIDA, J. F. A.; SOUZA-FILHO, F. J.; FERRAZ, C. C. R. Chlorhexidine in Endodontics. *Brazilian Dental Journal*, v. 24, n. 2, p. 89 – 102, 2013.

GU, L.; HUANG, X. Q.; GRIFFIN, B.; BERGERON, B. R.; PASLEY, D. H.; NIU, L.; TAY, F. R. Primum non nocere - The effects of sodium hypochlorite on dentin as used in endodontics. *Acta Biomaterialia*, v. 61, n. 1, p. 144 – 156, 2017.

GUIOTTI, F. A.; KUGA, M. C.; DUARTE, M. A.; SANT'ANNA, A. J.; FARIA, G. Effect of calcium hydroxide dressing on push-out bond strength of endodontic sealers to root canal dentin. *Brazilian Oral Research*, v. 28, n.1, p. 1 – 6, 2014.

HAAPASALO, M.; ORSTAVIK, D. *In vitro* infection and disinfection of dentinal tubules. *Journal of Dental Research*, v. 66, n. 1, p. 1375 – 1379, 1987.

HAAPASALO, M.; ENDAL, U. Internal inflammatory root resorption: the unknown resorption of the tooth. *Endodontics Topics*, v. 14, n. 1, p. 60 – 79, 2006.

HAAPASALO, M.; SHEN, Y.; WANG, Z.; GAO, Y. Irrigation in endodontics. *British Dental Journal*, v. 216, n. 1, p. 299 – 303, 2014.

HEITHERSAY, G. S. Calcium hydroxide in the treatment of pulpless teeth with associated pathology. *International Endodontic Journal*, v. 8, n. 1, p. 74 – 93, 1975.

HOFFMANN, J. B.; VITALI, F. C.; HILLESHEIM, L. C.; TEDESCO, M.; GARCIA, L. F. R.; BORTOLUZZI E. A.; TEIXEIRA, C. S. Effect of diferente periods of calcium hydroxide dressing on the fracture resistance of root dentin. *General Dentistry*, v. 69, n. 5, p. 67 – 71, 2021.

HOLLAND, R.; SOARES, I. J.; SOARES, I. M. Influence of irrigation and intracanal dressing on the healing process of dog's teeth with apical periodontitis. *Endodontic Dental Traumatology*, v. 8, n. 1, p. 223 – 229, 1992.

HU, X.; PENG, Y.; SUM, C. P.; LING, J. Effects of concentrations and exposure times of sodium hypochlorite on dentin deproteination: attenuated total reflection Fourier transform infrared spectroscopy study. *Journal of Endodontics*, v. 36, n. 1, p. 2008 – 2011, 2010.

KAHLER, S. L.; SHETTY, S.; ANDREASEN, F. M.; KAHLER, B. The Effect of Long-term Dressing With Calcium Hydroxide on the Fracture Susceptibility of Teeth. *Journal of Endodontics*, v. 44, n. 3, p. 464 – 469, 2017.

KAKEHASHI, S.; STANLEY, H. R.; FITZGERALD, R. J. The effects of surgical exposures of dental pulps in germ-free and conventional laboratory rats. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology*, v. 20, n. 3, p. 340 – 349, 1965.

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. *Internacional Endodontic Journal*, v. 46, n. 2, p. 169 – 178, 2013.

KARYGIANNI, L.; AL-AHMAD, A.; ARGYROPOULOU, A.; HELLWIG, E.; ANDERSON, A. C.; SKALTSOUNIS, A. L. Natural

antimicrobials and oral microorganisms: a systematic review on herbal interventions for the eradication of multispecies oral biofilms. *Frontiers in Microbiology*, v. 6, n. 1, p. 1 – 17, 2015.

KATSUDA, Y.; NIWANO, Y.; NAKASHIMA, T.; MOKUDAI, T.; NAKAMURA, K.; OIZUMI, S.; KANNO, T.; KANETAKA, H.; EGUSA, H. Cytoprotective effects of grape seed extract on human gingival fibroblasts in relation to its antioxidant potential. *PLoS ONE*, v. 10, n. 8, p. 1 – 19, 2015.

KAWASHIMA, N.; WADACHI, R.; SUDA, H.; YENG, T.; PARASHOS, P. Root canal medicaments. *Internacional Dental Journal*, v. 59, n. 1, p. 5 – 11, 2009.

KING, J. B. Jr; CRAWFORD, J. J.; LINDAHL, R. L. Indirect pulp capping: a bacteriologic study of deep carious dentine in human teeth. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology*, v. 20, n. 1, p. 663 – 671, 1965.

KOSHY, M., PRABU, M., PRABHAKAR V. Long Term effect of calcium hydroxide on the microhardness of human radicular dentin – a pilot study. *The Internet Journal of Dental Science*, v. 9, n. 2, p. 1 – 4, 2011.

LANG, H.; KORKMAZ, Y.; SCHNEIDER, K.; RAAB, W. H. Impact of endodontic treatments on the rigidity of the root. *Journal of Dental Research*, v. 85, n. 1, p. 364 – 368, 2006.

LAW, A.; MESSER, H. An evidence-based analysis of the antibacterial effectiveness of intracanal medicaments. *Journal of Endodontics*, v. 30, n. 1, p. 689 – 694, 2004.

LEONARDO, M. R.; SIMÕES FILHO, A. P.; ESBERARD, R. M.; BONETTI FILHO, I.; LEONARDO, R. de T. Safe and easy way to use

calcium hydroxide as a temporary dressing. *Journal of Endodontics*, v. 19, n. 1, p. 319 – 320, 1993.

LEONARDO, M. R.; HERNANDEZ, M. E.; SILVA, L. A.; TANOMARU-FILHO, M. Effect of a calcium hydroxide-based root canal dressing on periapical repair in dogs: a histological study. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology Endodontic*, v. 102, n. 1, p. 680 – 685, 2006.

MAJORANA, A.; BARDELLINI, E.; CONTI, G.; KELLER, E.; PASINI, S. Root resorption in dental trauma: 45 cases followed for 5 years. *Dental Traumatology*, v. 19, n. 1, p. 262 – 265, 2003.

MARAFIGA, F. A.; BARBOSA, A. F. A.; SILVA, E. J. N. L.; SOUZA, M. A.; FARINA, A. P.; CECCHIN, D. Effect of glycolic acid and EDTA on dentin mechanical properties. *Australian Endodontic Journal*, v. 48, n. 1, p. 27 – 31, 2021.

MARTINHO, F. C.; GOMES, C. C.; NASCIMENTO, G. G.; GOMES, A. P. M.; LEITE, F. R. M. Clinical comparison of the effectiveness of 7- and 14-day intracanal medications in root canal disinfection and inflammatory cytokines. *Clinical Oral Investigations*, v. 22, n. 1, p. 523 – 530, 2018.

MCGURKIN-SMITH, R.; TROPE, M.; CAPLAN, D.; SIGURDSSON, A. Reduction of intracanal bacteria using GT rotary instrumentation, 5.25% NaOCl, EDTA, and Ca(OH)<sub>2</sub>. *Journal of Endodontics*, v. 31, n. 1, p. 359 – 363, 2005.

MISRA, P.; BAINS, R.; LOOMBA, K.; SINGH, A.; SHARMA, V. P.; MURTHY, R. C.; KUMAR, R. Measurement of pH and calcium ions release from different calcium hydroxide pastes at different intervals of time: Atomic spectrophotometric analysis. *Journal of Oral Biology and Craniofacial Research*, v. 7, n. 1, p. 36 – 41, 2017.

MOHAMMADI, Z.; DUMMER, P. M. Properties and applications of calcium hydroxide in endodontics and dental traumatology. *International Endodontics Journal*, v. 44, n. 1, p. 697 – 730, 2011.

NASERI, M.; EFTEKHAR, L.; GHOAMI, F.; ATAI, M.; DIANAT, O. The Effect of Calcium Hydroxide and Nano-calcium Hydroxide on Microhardness and Superficial Chemical Structure of Root Canal Dentin: An *Ex Vivo* Study. *Journal of Endodontics*, v. 45, n. 9, p. 1 – 7, 2019.

NASSIRI-ASL, M.; HOSSEINZADEH, H. Review of the pharmacological effects of vitis vinifera (grape) and its bioactive constituents: an update. *Phytotherapy Research*, v. 30, n. 1, p. 1392 – 1403, 2016.

NOSRAT, A.; HOMAYOUNFAR, N.; OLLOMI, K. Drawbacks and Unfavorable Outcomes of Regenerative Endodontic Treatments of Necrotic Immature Teeth: A Literature Review and Report of a Case. *Journal of Endodontics*, v. 38, n. 1, p. 1428 – 1338 – 2012.

OELICHMANN, J. Surface and depth-profile analysis using FTIR spectroscopy. *Fresenius Zeitschrift für Analytische Chemie*, v. 333, n. 4, p. 353 – 359, 1989.

PACHECO-YANES, J.; PROVENZANO, J. C.; MARCELIANO-ALVES, M. F.; GAZZANEO, I.; PÉREZ, A. R.; GONÇALVES, L. S.; SIQUEIRA Jr., J. F. Distribution of sodium hypochlorite throughout the mesial root canal system of mandibular molars after adjunctive irrigant activation procedures: a micro-computed tomographic study. *Clinical Oral Investigations*, v. 24, n. 2, p. 907 – 914, 2020.

PAULO, A. O.; SILVA, W. O.; DALBELLO, D. N. G.; CASTRO-SILVA, I. I. Enfraquecimento dentária pelo uso de Hidróxido de Cálcio como Medicação Intracanal. *Revista Brasileira de Odontologia*, v. 7, n. 2, p. 182 – 186, 2013.

PÉREZ, A. R.; RICUCCI, D.; VIEIRA, G. C. S.; PROVENZANO, J. C.; ALVES, F. R. F.; MARCELIANO-ALVES, M. F.; RÔÇAS, I. N.; SIQUEIRA Jr.; J. F. Cleaning, Shaping, and Disinfecting Abilities of 2 Instrument Systems as Evaluated by a Correlative Micro-computed Tomographic and Histobacteriologic Approach. *Journal of Endodontics*, v. 46, n. 6, p. 846 – 857, 2020.

PETERS, L. B.; VAN WINKELHOFF, A. J.; BUIJS, J. F.; WESSELINK, P. R. Effects of instrumentation, irrigation and dressing with calcium hydroxide on infection in pulpless teeth with periapical bone lesions. *International Endodontic Journal*, v. 35, n. 1, p. 13 – 26, 2002.

PIESCO, N. P. Histologia da dentina. In: AVERY, J. K. In: *Desenvolvimento e histologia bucal*. 3. Ed. Porto alegre: Artmed, 2005. P. 188.

PIVOTO-JOÃO, M. M.; TANOMARU-FILHO, M.; PINTO, J. C.; ESPIR, C. G.; GUERREIRO-TANOMARU, J. M. Root Canal Preparation and Enlargement Using Thermally Treated Nickel-Titanium Rotary Systems in Curved Canals. *Journal of Endodontics*, v. 46, n. 11, p. 1758 – 1765, 2020.

QIAN, W.; SHEIN, Y.; HAAPASALO, M. Quantitative analysis of the effect of irrigant solution sequences on dentin erosion. *Journal of Endodontics*, v. 37, n. 1, p. 1437 – 1441, 2011.

REIS, A. C. S.; MARANHÃO, P.; MOURA, L. A.; MARANHÃO, K. M. New trend of intracanal medication to act on *Enterococcus faecalis*: Review of literature. *Brazilian Journal of Surgery and Clinical Research*, v. 24, n. 1, p. 115 – 121 – 2018.

RICUCCI, D.; SIQUEIRA Jr., J. F.; BATE, A. L.; PITT FORD, T. R. Histologic investigation of root canal-treated teeth with apical periodontitis: a retrospective study from twenty-four patients. *Journal of Endodontics*, v. 35, n. 1, p. 493 – 502, 2009.

RÖDIG, T.; VOGEL, S.; HÜLSMANN, M. Efficacy of different irrigants in the removal of calcium hydroxide from root canals. *International Endodontic Journal*, v. 43, n. 1, p. 519 – 527, 2010.

RODRIGUES JUNIOR, S. A.; ZANCHI, C. H.; CARVALHO, R. V.; DEMARCO, F. F. Flexural strength and modulus of elasticity of different types of resin-based composites. *Brazilian Oral Research*, v. 21, n. 1, p. 16 – 21, 2007.

SAATCHI, M.; SHOKRANEH, A.; NAVAEI, H.; MARACY, M. R.; SHOJAEI, H. Antibacterial effect of calcium hydroxide combined with chlorhexidine on *Enterococcus faecalis*: a systematic review and meta-analysis. *Journal of Applied Oral Science*, v. 22, n. 5, p. 356 – 365, 2014.

SANTOS, J. N.; CARRILHO, M. R. O.; DE GOES, M. F.; ZAIA, A. A.; GOMES, B. P. F. A.; SOUZA-FILHO, F. J.; FERRAZ, C. C. R. Effect of chemical irrigants on the bond strength of a self-etching adhesive to pulp chamber dentin. *Journal of Endodontics*, v. 32, n. 1, p. 1088 – 1090, 2006.

SARRAF, P.; ASSADI, A.; KIOMARSI, N.; MOHAMMADIAN, F.; ASSADI, A.; SHAMSHIRI, A. R. Effect of Intracanal medicaments on pull-out bond strength of fiber post cemented with a self-adhesive system. *European Journal of Dentistry*, v. 13, n. 1, p. 420 – 425, 2019.

SARNI-MANCHADO P, CHEYNIER V, MOUTOUNET M. Interactions of grape seed tannins with salivary proteins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 47, n. 1, p. 42 – 47, 1999.

SATHORN, C.; PARASHOS, P.; MESSER, H. Antibacterial efficacy of calcium hydroxide intracanal dressing: a systematic review and meta-analysis. *International Endodontic Journal*, v. 40, n. 1, p. 2 – 10, 2007.

SILVA JÚNIOR, Z. S.; BOTTA, S. B.; ANA, P. A.; FRANÇA, C. M.; FERNANDES, K. P. S.; MESQUITA-FERRARI, R. A.; DEANA, A. A.;

BUSSADORI, S. K. Effect of papain-based gel on type I collagen – spectroscopy applied for microstructural analysis. *Scientific Reports*, v. 5, n. 1, p. 1 – 7, 2015.

SIQUEIRA Jr., J. F.; UZEDA, M. Intracanal Medicaments: Evaluation of the Antibacterial Effects of Chlorhexidine, Metronidazole, and Calcium Hydroxide Associated with Three Vehicles. *Journal of Endodontics*, v. 23, n. 3, p. 167 – 169, 1997.

SIQUEIRA Jr.; J. F.; UZEDA, M. Influence of different vehicles on the antibacterial effects of calcium hydroxide. *Journal of Endodontics*, v. 24, n. 1, p. 663 – 665, 1998.

SIQUEIRA Jr., J. F.; LOPES, H. P. Mechanisms of antimicrobial activity of calcium hydroxide: a critical review. *International Endodontic Journal*, v. 32, n. 1, p. 361 – 369, 1999.

SIQUEIRA Jr., J. F.; MAGALHÃES, K. M.; RÔÇAS, I. N. Bacterial reduction in infected root canals treated with 2.5% NaOCl as an irrigant and calcium hydroxide/camphorated paramonochlorophenol paste as an intracanal dressing. *Journal of Endodontics*, v. 33, n. 6, p. 667 – 672, 2007.

SIQUEIRA Jr., J. F.; RÔÇAS, I. N. Clinical implications and microbiology of bacterial persistence after treatment procedures. *Journal of Endodontics*, v. 34, n. 1, p. 1291 – 1301, 2008.

SIQUEIRA Jr., J. F.; ANTUNES, H. S.; PÉREZ, A. R.; ALVES, F. R. F.; MDALA, I.; SILVA, E. J. N. L.; BELLADONNA, F. G.; RÔÇAS, I. N. The Apical Root Canal System of Teeth with Posttreatment Apical Periodontitis: Correlating Microbiologic, Tomographic, and Histopathologic Findings. *Journal of Endodontics*, v. 46, n. 9, p. 1195 – 1203, 2020.

SIRÉN, E. K.; KEROSUO, E.; LAVONIUS, E.; MEURMAN, J. H.; HAAPASALO, M. Ca(OH)<sub>2</sub> application modes: in vitro alkalinity and clinical effect on bacteria. *International Endodontics Journal*, v. 47, n. 7, p. 628 – 638, 2014.

SJÖGREN, U.; FIGDOR, D.; SPANGBERG, L.; SUNDQVIST, G. The antimicrobial effect of calcium hydroxide as a short-term intracanal dressing. *International Endodontics Journal*, v. 24, n. 1, p. 119 – 125, 1991.

SOUZA, M. A.; DALLA LANA, D. L.; PLETSCH, A.; PALHANO, H. S.; BERVIAN, J.; CARLI, J. P.; CECCHIN, D. Effectiveness of Grape Seed Extratec-Based Intracanal Dressings Against *Enterococcus faecalis* and Influence on Dentin Microhardness and Bond Strength of Filling Material. *Bioscience Journal*, v. 36, n. 6, p. 2288 – 2296, 2020.

STEVENS, R. H.; GROSSMAN, L. I. Evaluation of the antimicrobial potential of calcium hydroxide as an intracanal medicament. *Journal of Endodontics*, v. 9, n. 1, p. 372 – 374, 1983.

SUGIONO, R. E. A.; ASRIANTI, D.; MEUDYAWATI, R. Effect of grape seed extract solution on the flexural strength of root canal dentin. *Journal of Physics: Conference Series*, v. 1013, n. 7, p. 1 – 5, 2018.

TAFFAREL, C.; BONATTO, F. D.; BONFANTE, F. C.; PALHANO, H. S.; VIDAL, C. M. P.; CECCHIN, C.; SOUZA, M. A. Effect of chemical and natural irrigant solutions on microhardness of root dentin – an *in vitro* study. *Brazilian Journal of Oral Sciences*, v. 17, n. 1, p. 1 – 9, 2018.

TURK, T.; FIDLER, A. Effect of medicaments used in endodontic regeneration technique on push-out bond strength of MTA and biodentine. *Biotechnology & Biotechnological Equipment*, v. 30, n. 1, p. 140 – 144, 2016.

VALERA, M. C.; ALBUQUERQUE, T. P.; YAMASAKI, M. C.; VASSALLO, F. N. S.; SILVA, D. A. S. A.; NAGATA, J. Y. Fracture

resistance of weakened bovine teeth after long-term use of calcium hydroxide. *Dental Traumatology*, v. 31, n. 1, p. 385 – 389, 2015.

VIANNA, M. E.; HORZ, H. P.; CONRADS, G.; ZAIA, A. A.; SOUZA-FILHO, F. J.; GOMES, B. P. F. A. Effect of root canal procedures on endotoxins and endodontic pathogens. *Oral Microbiology Immunology*, v. 22, n. 1, p. 411 – 418, 2007.

VIDAL, C. M.; ZHU, W.; MANOHAR, S.; AYDIN, B.; KEIDERING, T. A.; MESSERSMITH, P. B.; BREDAN-RUSSO, A. Collagen-collagen interactions mediated by plant-derived proanthocyanidins: a spectroscopic and atomic force microscopy study. *Acta Biomaterialia*, v. 41, n. 1, p. 110 – 118, 2016.

WALTIMO, T.; TROPE, M.; HAAPASALO, M.; ORSTAVIK, D. Clinical Efficacy of Treatment Procedures in Endodontic Infection Control and One Year Follow-Up of Periapical Healing. *Journal of Endodontics*, v. 31, n. 12, p. 863 – 866, 2005.

WEIGER, R.; ROSENDAHL, R.; LÖST, C. Influence of calcium hydroxide intracanal dressings on the prognosis of teeth with endodontically induced periapical lesions. *Internacional Endodontic Journal*, v. 33, n. 3, p. 219 – 226, 2000.

WHITE, J. L. Interpretation of Infrared Spectra of Soil Minerals. *Soil Science*, v. 112, n. 1, p. 22 – 31, 1971.

WU, C. D. Grape products and oral health. *The Journal of Nutrition*, v. 139, n. 1, p. 18 – 23, 2009.

YANG, S. Y.; LIU, Y.; MAO, J.; WU, Y. B.; DENG, Y. L.; QI, S. C.; ZHOU, Y. C.; GONG, S. Q. The antibiofilm and collagen stabilizing effects of proanthocyanidin as an auxiliary endodontic irrigant. *International Endodontic Journal*, v. 53, n. 1, p. 824 – 833, 2020.

YASSEN, G. H.; PLATT, J. A. The effect of nonsetting calcium hydroxide on root fracture and mechanical properties of radicular dentine: a systematic review. *Internacional Endodontic Journal*, v. 46, n. 2, p. 112 – 118, 2012.

YASSEN, G. H.; VAIL, M. M.; CHU, T. G.; PLATT, J. A. The effect of medicaments used in endodontic regeneration on root fracture and microhardness of radicular dentine. *Internacional Endodontic Journal*, v. 46, n. 1, p. 688 – 695, 2013.

ZANDI, H.; KRISTOFFERSEN, A. K.; ORSTAVIK, D.; RÔÇAS, I. N.; SIQUEIRA Jr., J. F.; ENERSEN, M. Microbial Analysis of Endodontic Infections in Root-filled Teeth with Apical Periodontitis before and after Irrigation Using Pyrosequencing. *Journal of Endodontics*, v. 44, n. 3, p. 372 – 378, 2018.

ZANDI, H.; PETRONIJEVIC, N.; MDALA, I.; KRISTOFFERSEN, A. K.; ENERSEN, M.; RÔÇAS, I. N.; SIQUEIRA Jr., J. F.; ORSTAVIK, D. Outcome of Endodontic Retreatment Using 2 Root Canal Irrigants and Influence of Infection on Healing as Determined by a Molecular Method: A Randomized Clinical Trial. *Journal of Endodontics*, v. 45, n. 9, p. 1089 – 1098, 2019.

ZARE JAHROMI, M.; BAREKATAIN, M.; RAVANBOD, S.; RANIJBARIAN, R.; KOUSEHLAR, S. Comparison of endodontic medicaments on bond strength of fiber post to root dentin using resin cement. *Journal of Dentistry*, v. 18, n. 1, p. 56 – 60, 2017.

ZAREI, M.; AFKHAMI, F.; POOR, Z. M. Frature resistance of human root dentin exposed to calcium hydroxide intervisit medication at various time periods: an *in vitro* study. *Dental Traumatology*, v. 29, n. 1, p. 156 – 160, 2013.

ZHANG, K.; TAY, F. R.; KIM, Y. K.; MITCHELL, J. K.; KIM, J. R.; CARRILHO, M.; PASHLEY, D. H.; LING, J. The effect of initial irrigation with two different sodium hypochlorite concentrations on the

erosion of instrumented radicular dentin. *Dental Materials*, v. 26, n. 1, p. 514 – 523, 2010.

## APÊNDICES

Normas para Submissão do Journal of Endodontics

**Observação:** *Todos os resumos devem ser organizados em seções que começam com um título de uma palavra (em negrito), ou seja, Introdução, Métodos, Resultados, Conclusões, etc., e não devem exceder mais de 250 palavras.*

1. **Página de Título:** O título deve descrever a ênfase principal do trabalho. Deve ser o mais curto possível sem perda de clareza. Lembre-se de que o título é o seu outdoor de publicidade - ele representa sua maior oportunidade de solicitar aos leitores que gastem tempo lendo seu jornal. É melhor não usar abreviaturas no título, pois isso pode levar a codificação imprecisa por programas eletrônicos de citação como o PubMed ( *por exemplo* , use “hipoclorito de sódio” em vez de NaOCl). A lista de autores deve estar em conformidade com os padrões publicados sobre autoria (consulte os critérios de autoria em Requisitos Uniformes para Manuscritos Submetidos a Periódicos Biomédicos em [icmje.org](http://icmje.org)). O título do manuscrito, nome e endereço (incluindo e-mail) de um autor designado como o autor correspondente. Este autor será responsável por editar as provas e solicitar reimpressões quando aplicável. A contribuição de cada autor também deve ser destacada na carta de apresentação.
2. **Resumo:** O resumo deve descrever de forma concisa o objetivo do estudo, a hipótese, os métodos, os principais achados e as conclusões. O

resumo deve descrever as novas contribuições feitas por este estudo. As limitações de palavras (250 palavras) e a ampla distribuição do resumo (*por exemplo*, PubMed) tornam esta seção difícil de escrever com clareza. Esta seção geralmente é escrita por último por muitos autores, pois eles podem se basear no restante do manuscrito. Escreva o resumo no pretérito desde que o estudo foi concluído. Três a dez palavras-chave devem ser listadas abaixo do resumo.

3. **Introdução:** A introdução deve revisar brevemente a literatura pertinente, a fim de identificar a lacuna de conhecimento que o estudo pretende abordar e as limitações de estudos anteriores na área. O objetivo do estudo, a hipótese testada e seu escopo devem ser claramente descritos. Os autores devem perceber que esta seção do artigo é sua principal oportunidade de estabelecer comunicação com os diversos leitores do *JOE*. Os leitores que não são especialistas no tópico do manuscrito provavelmente pularão o artigo se a introdução não resumir sucintamente a lacuna de conhecimento abordada pelo estudo. É importante observar que muitos manuscritos bem-sucedidos não exigem mais do que alguns parágrafos para atingir esses objetivos. Portanto, os autores devem abster-se de realizar a extensa revisão da literatura e discutir os resultados do estudo nesta seção.
4. **Materiais e Métodos:** O objetivo da seção de materiais e métodos é permitir que outros investigadores repitam seus experimentos. Os quatro componentes desta seção são a descrição detalhada dos materiais usados e seus componentes, o desenho experimental, os procedimentos empregados e os testes estatísticos usados para analisar os resultados. A grande maioria dos manuscritos deve citar estudos anteriores utilizando métodos semelhantes e descrever sucintamente os aspectos essenciais

utilizados no presente estudo. Assim, o leitor deverá ainda ser capaz de compreender o método utilizado na abordagem experimental e concentração dos principais reagentes ( *ex .*, anticorpos, drogas, etc.) mesmo quando citando um método previamente publicado. A inclusão de uma “figura de métodos” será rejeitada, a menos que o procedimento seja novo e exija uma ilustração para compreensão. Se o método for novo, os autores devem descrevê-lo cuidadosamente e incluir experimentos de validação. Se o estudo utilizou um **produto comercial** , o manuscrito deve declarar que seguiu o protocolo do fabricante ou especificar quaisquer alterações feitas no protocolo. Se o estudo usou um modelo *in vitro* para simular um resultado clínico, os autores devem descrever experimentos feitos para validar o **modelo** ou literatura anterior que comprovou a relevância clínica do modelo. Estudos em **humanos** deve estar em conformidade com a Declaração de Helsinki de 1975 e declarar que o(s) IRB/comitê(s) equivalente(s) institucional(is) aprovou(m) o protocolo e que o consentimento informado foi obtido após os riscos e benefícios da participação terem sido descritos aos sujeitos ou pacientes recrutados. Estudos envolvendo **animais** devem declarar que o comitê institucional de cuidados e uso de animais aprovou o protocolo. A seção de análise estatística deve descrever quais testes foram usados para analisar quais medidas dependentes; p-valores devem ser especificados. Detalhes adicionais podem incluir esquema de randomização, estratificação (se houver), análise de poder como base para o cálculo do tamanho da amostra, desistências de ensaios clínicos, efeitos de variáveis de confusão importantes e análise bivariada versus multivariada.

5. **Resultados:** Somente resultados experimentais são apropriados nesta seção ( *isto é* , nem métodos, nem discussão, nem conclusões devem estar nesta seção). Inclua apenas os dados que são críticos para o estudo, conforme definido pelo(s) objetivo(s). Não inclua todos os dados disponíveis sem justificativa; quaisquer achados repetitivos serão rejeitados da publicação. Todas as Figuras, Gráficos e Tabelas devem ser descritos em sua ordem de numeração com uma breve descrição dos principais achados. O autor pode considerar o uso de figuras suplementares, tabelas ou videoclipes que serão publicados online. Material suplementar é frequentemente usado para fornecer informações adicionais ou experimentos de controle que suportam a seção de resultados ( *por exemplo* , dados de microarray).
6. **Figuras:** Existem dois tipos gerais de figuras. O primeiro tipo de figuras inclui fotografias, radiografias ou micrografias. Inclua apenas figuras essenciais e, mesmo que essenciais, é incentivado o uso de figuras compostas contendo vários painéis de fotografias. Por exemplo, a maioria das fotos, rádio ou micrografias ocupam uma largura de coluna ou cerca de 185 mm de largura X 185 mm de altura. Se, em vez disso, você construir uma figura com largura de duas colunas ( *ou seja* , cerca de 175 mm de largura X 125 mm de altura quando publicada no *JOE*), você seria capaz de colocar cerca de 12 painéis de fotomicrografias (ou radiografias, etc.) como uma matriz de quatro colunas e três linhas abaixo (com cada painel de cerca de 40 x 40 mm). Isso exigirá alguma edição para enfatizar a característica mais importante de cada fotomicrografia, mas aumenta muito o número total de ilustrações que você pode apresentar em seu trabalho. Lembre-se que cada painel deve ser claramente identificado com uma letra ( *ex.* , “A”, “B” etc.), para que o leitor entenda cada painel

individualmente. Vários bons exemplos de figuras compostas são vistos em artigos recentes de Jeger et al (J Endod 2012;38:884–888); Olivieri et al., (J Endod 2012;38:1007–1011); Tsai et al (J Endod 2012;38:965–970). Observe que as figuras coloridas podem ser publicadas sem nenhum custo para os autores e os autores são incentivados a usar cores para aumentar o valor da ilustração. Observe que uma figura composta de vários painéis conta apenas como uma figura ao considerar o número total de figuras em um manuscrito (consulte a seção 3, abaixo, para o número máximo de figuras permitidas). O segundo tipo de figuras são gráficos (ou seja, desenhos de linhas incluindo gráficos de barras) que plotam uma medida dependente (no eixo Y) como uma função de uma medida independente (geralmente plotada no eixo X). Os exemplos incluem um gráfico representando as pontuações de dor ao longo do tempo, etc. Os gráficos devem ser usados quando a tendência geral dos resultados for mais importante do que os valores numéricos exatos dos resultados. Por exemplo, um gráfico é uma maneira conveniente de relatar que um grupo tratado com ibuprofeno relatou menos dor do que um grupo placebo nas primeiras 24 horas, mas foi o mesmo que o grupo placebo nas 96 horas seguintes. Nesse caso, a tendência dos resultados é o achado primário; os escores reais de dor não são tão críticos quanto as diferenças relativas entre os grupos NSAID e placebo.

7. **Tabelas:** Tabelas são apropriadas quando é crítico apresentar valores numéricos exatos. No entanto, nem todos os resultados precisam ser colocados em uma tabela ou figura. Por exemplo, a tabela a seguir pode não ser necessária: Em vez disso, os resultados podem simplesmente afirmar que não houve inibição de crescimento de 0,001-0,03% de NaOCl e 100% de inibição de crescimento de 0,03-3% de NaOCl (N=5/

grupo). Da mesma forma, se os resultados não forem significativos, provavelmente não será necessário incluir os resultados em uma tabela ou em uma figura. Essas e muitas outras sugestões sobre a construção de figuras e tabelas são descritas com mais detalhes em Day (1998).

% NaOCl	N/Grupo	% de inibição do crescimento
0,001	5	0
0,003	5	0
0,01	5	0
0,03	5	0
0,1	5	100
0,3	5	100
1	5	100
3	5	100

- 8. Discussão:** Esta seção deve ser usada para interpretar e explicar os resultados. Tanto os pontos fortes quanto os fracos das observações devem ser discutidos. Como essas descobertas se comparam à literatura publicada? Quais são as implicações clínicas? Embora esta última seção possa ser provisória devido à natureza de um estudo específico, os autores

devem perceber que mesmo as implicações clínicas preliminares podem ter valor para a liderança clínica. Idealmente, uma revisão do potencial significado clínico é a última seção da discussão. Quais são as principais conclusões do estudo? Como os dados suportam essas conclusões

9. **Agradecimentos:** Todos os autores devem afirmar que não têm afiliação financeira (por exemplo, emprego, pagamento direto, participações acionárias, retentores, consultoria, acordos de licenciamento de patentes ou honorários) ou envolvimento com qualquer organização comercial com interesse financeiro direto no assunto ou materiais discutidos neste manuscrito, nem tais acordos existiram nos últimos três anos. Qualquer outro potencial conflito de interesse deve ser divulgado. Qualquer autor para o qual esta declaração não seja verdadeira deve anexar um parágrafo ao manuscrito que revele completamente qualquer interesse financeiro ou outro que represente um conflito. Da mesma forma, as fontes e atribuições corretas de todos os outros subsídios, contratos ou doações que financiaram o estudo devem ser divulgadas
10. **Referências:** O estilo de referência segue o Index Medicus e pode ser facilmente aprendido com a leitura de edições anteriores do JOE. O JOE usa o estilo de referência Vancouver, que pode ser encontrado na maioria dos produtos de software de gerenciamento de citações. As citações são colocadas entre parênteses no final de uma frase ou no final de uma cláusula que requer uma citação de literatura. Não use sobrescrito para referências. Os relatórios originais são limitados a 35 referências. Não há limites para o número de referências para artigos de revisão.

## **ARTIGO A SER SUBMETIDO**

### **Efeito *in vitro* do extrato de semente de uva quando utilizado como medicação intracanal sobre as propriedades mecânicas e composição química da dentina**

Fernanda de Andrade Marafiga<sup>1</sup>, João Paulo De Carli<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Aluna do Curso de Doutorado do Programa de Pós-graduação em Odontologia (PPGOdonto) da Universidade de Passo Fundo (UPF)

<sup>2</sup> Professor do Curso de Doutorado do Programa de Pós-graduação em Odontologia (PPGOdonto) da Universidade de Passo Fundo (UPF)

Contato: Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade de Passo Fundo

Endereço: BR 285, Km 292,7 – Campus I, Bairro São José CEP 99052-900 Passo Fundo-RS

E-mail: [joaodecarli@upf.br](mailto:joaodecarli@upf.br)

### **RESUMO**

O estudo avaliou *in vitro* o efeito do Extrato de Semente de Uva (ESU) quando utilizado como medicação intracanal (MIC) sobre as propriedades mecânicas e composição química da dentina. Foram utilizados 96 dentes bovinos para os testes de Resistência à Fratura da dentina radicular (RFrat), Teste de Resistência Flexural (RFlex), Módulo

de Elasticidade (ME), teste de Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier (FTIR) e Teste de Resistência Coesiva (RC). Os grupos foram divididos (n=10): dentina sem tratamento - controle (GC),  $\text{Ca(OH)}_2$  (G1, G2 e G3) e ESU (G4, G5 e G6) com contato direto de 7, 15 e 30 dias, respectivamente. As MICs foram aplicadas no tempo de exposição de cada grupo e após, os espécimes foram irrigados com 5 mL de soro fisiológico. Para o teste de RFract, foram confeccionadas raízes com espessura de 1mm, para RFlex e ME utilizaram-se palitos dentinários, para FTIR e teste de RC foram utilizadas ampulhetas de dentina. O ESU interfere menos nas propriedades mecânicas dentinárias do que o  $\text{Ca(OH)}_2$ , quando avaliados os testes de RFract ( $p=0$ ), RFlex ( $p=0,002$ ) e RC ( $p=0$ ). O tempo da exposição apresentou prejuízo das propriedades dentinárias nos testes de RFract ( $p=0,002$ ) e RC ( $p=0,031$ ). O ME foi a única propriedade inalterada pelas MICs ( $p=0,08$ ) e seus tempos de aplicação ( $p=0,985$ ). Não houve consonância dos resultados do FTIR com os resultados dos testes mecânicos. Tanto o SEU quanto o  $\text{Ca(OH)}_2$ , quando utilizados como medicação intracanal, interferem em algum grau nas propriedades mecânicas dentinárias, porém o ESU apresenta resultados mais favoráveis.

**Palavras-chave:** Extrato de Semente de Uva, Hidróxido de Cálcio, Testes Mecânicos, Espectroscopia FTIR.

## INTRODUÇÃO

As medicações intracanaís (MICs) são recomendadas para reduzir os microrganismos que permanecem no interior do sistema de canais radiculares (1). Portanto, é indicado o uso de MICs que apresentem boas propriedades antimicrobianas e baixa toxicidade, sendo o hidróxido

de cálcio  $[Ca(OH)_2]$  o medicamento intracanal mais utilizado na endodontia (2).

No entanto, quando utilizados em altas concentrações e por longos períodos, as MICs podem causar alterações químicas e estruturais na composição da dentina, como a degradação do colágeno e desmineralização (3,4). Essas alterações podem reduzir a resistência flexural e a microdureza da dentina, interferindo também na resistência radicular à fratura (3,5), devido a sua permanência por longos períodos de tempo (5). O  $Ca(OH)_2$ , quando utilizado como MIC, diminui a resistência à fratura da raiz e aumenta a microdureza da dentina radicular (3), além de apresentar efeito negativo sobre a resistência de união dos cimentos endodônticos resinosos à dentina radicular (6).

Levando em consideração, as desvantagens apresentadas sobre o  $Ca(OH)_2$ , alternativas são estudadas para elevar a taxa de sucesso do tratamento endodôntico, a exemplo de MIC a base de Extrato de Semente de Uva (ESU), uma vez que estudos prévios (7,8) recomendam tal produto para procedimentos endodônticos pois tem boa atividade antimicrobiana e não interfere nas propriedades mecânicas da dentina, preservando a alta resistência adesiva dos materiais obturadores à dentina radicular ao longo do tempo.

Portanto, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do ESU e do  $Ca(OH)_2$ , quando utilizados como medicação intracanal por 7, 15 e 30 dias, sobre as propriedades mecânicas e composição química da dentina por meio do Teste de Resistência à Fratura da Dentina Radicular (RFrat), Teste de Resistência Flexural da Dentina Radicular (RFlex), Módulo de Elasticidade (ME), Teste de Espectroscopia Infravermelha Transformada

de Fourier (FTIR) e Teste de Resistência Coesiva da Dentina Radicular (RC).

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

### **Delineamento experimental**

Noventa e seis dentes bovinos unirradiculares foram obtidos em abatedouro licenciado e armazenados a 4° C em solução salina por até 3 meses. Para o tratamento de amostras de dentina, foi utilizado o Ca(OH)<sub>2</sub> 99% em pó (Biodinamica, Ibitiporã, Paraná, Brasil) e o ESU 97% em pó (Shopping LINE, São Paulo, São Paulo, Brasil) através de um contato direto de 7, 15 ou 30 dias, a depender do grupo. Para o estudo, foram realizados os seguintes testes: resistência à fratura da dentina radicular (RFrat), teste de resistência flexural da dentina radicular (RFlex), módulo de elasticidade (ME), teste de Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier (FTIR) e teste de resistência coesiva da dentina radicular (RC) (Figura 1).

### **Teste de Resistência à Fratura da Dentina Radicular (RFrat)**

Setenta dentes unirradiculares bovinos com ápice fechado foram seccionados da coroa usando uma Cortadeira Metalográfica (Biopdi, Vila Mariana, São Paulo, Brasil) para obter raízes retas de 15 mm de comprimento.

Para padronização das raízes, foram realizadas marcações de referência nas superfícies radiculares por meio de uma caneta de retroprojektor, cuja localização foi determinada a partir da utilização de um paquímetro digital (Vonder, Curitiba, Paraná, Brasil). A primeira marcação foi realizada 2 mm abaixo do corte superior, a segunda marca foi feita 2 mm acima do ápice radicular, e a terceira marca na metade das

distâncias, entre as duas marcas anteriores. Os dentes utilizados apresentavam um padrão de diâmetro vestibulo-lingual de 6,5 mm no terço cervical, 5,5 mm no terço médio e 4 mm do terço apical; e um padrão de diâmetro mesio-distal de 5,0 mm no terço cervical, 4,5 mm no terço médio e 3,5 mm no terço apical.

Os canais radiculares foram desgastados com o auxílio de uma broca diamantada cilíndrica nº 1090 (KG Sorensen, Cotia, São Paulo, Brasil), sob irrigação abundante. Durante esse procedimento, foram realizadas medições constantes com paquímetro digital adaptado para superfície interna dos canais, até a obtenção de paredes dentinárias de 1 mm de espessura em todas as raízes, sendo água destilada a substância utilizada para remover o material proveniente da preparação do canal radicular.

Posteriormente, as raízes foram embebidas em resina acrílica (Clássico, Campo Limpo Paulista, São Paulo, Brasil) utilizando moldes cilíndricos plásticos de PVC (Tigre do Brasil, Osasco, São Paulo, Brasil) com ½ polegada de espessura e 20 mm de altura, mantendo uma exposição radicular de 3 mm para simular o espaço biológico.

A medicação intracanal de cada grupo foi inserida com o auxílio de uma broca lântulo de 21 mm nº 4 (Dentsply Sirona, York, Pensilvânia, EUA) e após o preenchimento, uma bolinha de algodão estéril foi aplicada e a abertura superior selada com uma restauração provisória de cimento de ionômero de vidro restaurador (Maxxion R, FGM, Joinville, Santa Catarina, Brasil). Os dentes foram incubados a 37° e 100% de umidade durante os diferentes períodos de observação. Depois de cada período de observação, a medicação intracanal foi removida com irrigação abundante de soro fisiológico.

Após, os espécimes foram colocados na placa inferior da máquina universal de ensaios e uma carga compressiva foi aplicada verticalmente às superfícies coronais das raízes com uma velocidade de carregamento de 1 mm/minuto até a ocorrência da fratura. A carga em que ocorresse a fratura foi registrada e expressa em N.

### **Teste de Resistência Flexural da Dentina Radicular (RFlex)**

Para a realização do teste de resistência à flexão, oito dentes bovinos foram segmentados das coroas com cortadeira metalográfica (Biopdi, Vila Mariana, São Paulo, Brasil) sob abundante refrigeração com água a uma velocidade de 250 rpm. Após, as raízes foram seccionadas a fim de produzir palitos de dentina em formato retangular com 5,0 mm de comprimento X 0,20 mm de espessura X 1,7 mm de largura.

Os palitos de dentina foram aleatoriamente divididos em grupos (n=10) de acordo com as medicações intracanaís e tempos de exposição estudados, tendo sido submersos e permanecido em contato com as MICs contidas em um microtubo de polipropileno tipo *eppendorf*. Ao término do período, os palitos foram irrigados com 5 mL de soro fisiológico de forma abundante para a remoção das medicações a fim de evitar a ação contínua das MICs nas superfícies dentinárias.

O teste de resistência flexural foi realizado utilizando um dispositivo de três pontos em miniatura com uma extensão de suporte de 3 mm, tendo sido cada palito inserido no vão de suporte. Uma carga foi aplicada na porção central do palito por meio de uma Máquina Universal de Ensaio (EMIC DL 2000), a uma velocidade de 0,5 mm/minuto até que ocorresse a fratura.

A resistência à flexão foi calculada usando a fórmula  $3PL/2bh^2$ , onde P = carga máxima até o momento da fratura (N), L = distância entre

os pontos de apoio (mm),  $b$  = largura da amostra (mm) e  $h$  = altura da amostra (mm).

### **Módulo de Elasticidade (ME)**

O ME foi determinado com o auxílio dos resultados de carga da fratura do teste de resistência flexural, através da fórmula  $FL^3 / 4BH^3d$ , onde  $F$  = carga máxima (N),  $L$  = a distância entre o suporte,  $B$  = é a largura da amostra,  $H$  = é a altura da amostra e  $d$  = a deflexão (mm) correspondente à carga de  $F$ .

### **Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier (FTIR)**

Dezoito incisivos bovinos extraídos foram utilizados para o teste FTIR, tendo sido obtidos 4 espécimes de cada dente. As coroas foram separadas das raízes e um novo corte no sentido do longo eixo do dente foi realizado na raiz de cada dente utilizando cortadeira metalográfica (Biopdi, São Carlos, São Paulo, Brasil) sob abundante refrigeração com água, a uma velocidade de 250 rpm, para obter duas metades do canal radicular. Cada metade foi seccionada no centro, perpendicularmente ao longo eixo e assim, os quatro espécimes foram obtidos de cada raiz, com espessura de 1 mm cada.

Manualmente, as amostras foram desgastadas sob irrigação abundante até atingir o formato de ampulheta com broca diamantada cilíndrica nº 1090 (KG Sorensen, Cotia, São Paulo, Brasil), até a porção central apresentar área de aproximadamente 0,8 mm<sup>2</sup>.

As extremidades das ampulhetas foram seladas com verniz para evitar o contato com as medicações intracanaís, sendo que apenas a região central ficou em contato com a medicação estudada. Sendo assim, as amostras foram divididas aleatoriamente em sete grupos ( $n=10$ ), de acordo com a medicação estudada e tempo de exposição durante o qual

foram submersas nas MICs, período pelo qual foram acondicionadas em microtubo de polipropileno tipo *eppendorf*. Um grupo controle foi idealizado, no qual as amostras não entraram em contato com as substâncias testadas. Após o período de contato, os espécimes foram irrigados abundantemente com soro fisiológico para remoção da medicação intracanal, para que não ocorresse desmineralização constante da ampolheta de dentina.

Os espectros de FTIR foram coletados para cada grupo, tendo sido obtidos entre 650 e 4000  $\text{cm}^{-1}$  resolução em 48 varreduras (espectrômetro Agilent Cary 630 FTIR, Santa Clara, California, EUA) para analisar e caracterizar a dentina.

### **Teste de Resistência Coesiva da Dentina Radicular (RC)**

Para o teste de RC também foram utilizados corpos-de-prova no formato de ampolhetas de dentina que já passaram pelo teste FTIR. Cada espécime foi fixado individualmente em um dispositivo de teste de microtração com um adesivo a base de cianoacrilato em gel (Loctite Super Bonder™; Henkel Loctite Corporation, Rocky Hill, Connecticut, EUA).

O teste de microtração foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/minuto em uma Máquina Universal de Ensaio (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil). A força utilizada para a fratura para cada amostra foi registrada em Newtons (N) e transformada em Megapascal (MPa) pela fórmula:  $F/A$ . Onde F foi a força usada e A foi a área da ampolheta.

### **Análise estatística**

Anteriormente à realização do estudo propriamente dito, foi realizado um estudo-piloto para obtenção de valores prévios e realização

de cálculo do tamanho amostral. Para tanto, 4 amostras em cada grupo foram utilizadas (43 dentes).

Para o teste de RC, utilizando-se o Grupo Controle (dentina) X ESU 30 dias e  $n=10$ , obteve-se um poder de amostra 0,936289 e diferença máxima 45,66; para RFlex, obteve-se um poder de amostra 0,999892 e diferença máxima 203; para avaliação do ME, obteve-se um poder de amostra 0,597047 e diferença máxima 0,352; por fim, para RFrat, obteve-se um poder de amostra de 0,989040 e diferença máxima 186,4.

Foi utilizado o teste ANOVA 1 fator, seguido pelo Teste de Dunnett para verificar se as medicações intracanaís (MICs) interferem nas propriedades da dentina, comparando o grupo controle com os grupos experimentais. Utilizou-se também o teste ANOVA 2 fatores, removendo o grupo controle da comparação, tendo-se considerado somente os grupos tratados por diferentes MICs, em diferentes intervalos de tempo.

O teste de igualdade de variância não mostrou diferença estatística para nenhum dos grupos, tendo permitido a aplicação do teste ANOVA. Todas as análises foram realizadas tendo-se considerado  $p \leq 0,05$ . Para o teste FTIR optou-se pelo teste não paramétrico de Kruskal-Wallis, seguido do Teste de Dunnett  $\alpha=0,05$ .

## **RESULTADOS**

Foi possível notar diferença de RFrat entre os grupos tratados com MICs e o Grupo Controle (dentina), o qual se mostrou mais resistente em todos tempos de exposição. A análise de variância por 2-fatores demonstrou significância para os fatores substância ( $p=0$ ) e tempo ( $p=0,002$ ), mas não para a interação ( $p=0,234$ ) (Tabela 1).

Para o teste de RFLex observou-se haver diferença de resistência flexural entre os grupos tratados com medicação e o Grupo Controle (dentina), o qual se mostrou mais resistente que os grupos expostos a medicações intracanaís em todos tempos de exposição. A análise de variância por 2-fatores demonstrou significância para o fator substância ( $p=0,002$ ), mas não para o tempo ( $p=0,169$ ) nem para a interação ( $p=0,975$ ) (Tabela 1).

Em relação à análise de ME, notou-se que os valores do Grupo Controle (dentina) foram semelhantes aos valores dos grupos tratados com MIC a base de  $\text{Ca(OH)}_2$  e diferentes dos grupos tratados com MIC a base de ESU. A análise de variância por 2-fatores demonstrou ausência de significância para os fatores substância ( $p=0,08$ ), tempo ( $p=0,985$ ) e interação ( $p=0,979$ ) (Tabela 2).

Os resultados do FTIR são apresentados na Tabela 3 e na Figura 2. Os grupos com hidróxido de cálcio apresentaram os maiores valores na relação apatita/colágeno não demonstrando diferença estatística significativa entre os tempos de 7, 15 e 30 dias. Os grupos com extrato de semente de uva demonstraram valores mais baixos comparados ao hidróxido de cálcio e foram estatisticamente semelhantes ao grupo controle. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os tempos testados.

Para o teste de RC, notou-se diferença de resistência coesiva entre os grupos tratados com medicação e o Grupo Controle (dentina), o qual se mostrou mais resistente que os grupos expostos a medicações intracanaís em todos tempos de exposição. A análise de variância por 2-fatores demonstrou significância para o fator MIC ( $p=0,000$ ) e tempo

( $p=0,031$ ), não havendo significância para a interação entre eles ( $p=0,399$ ) (Tabela 2).

## FIGURAS

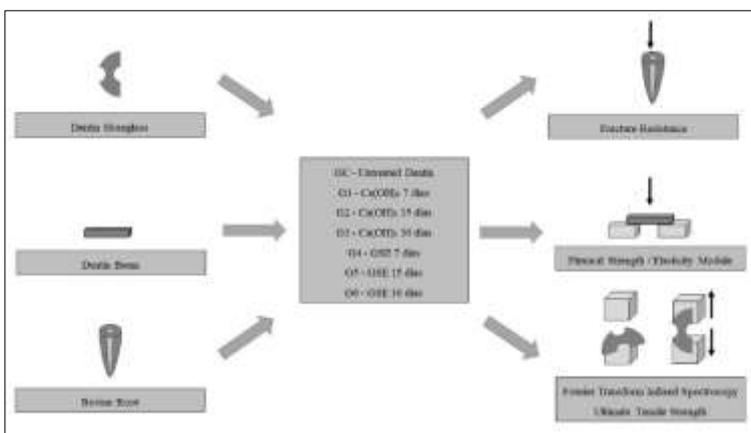


Figura 1. Desenho esquemático da preparação das amostras de dentina para os testes mecânicos e de composição da dentina.

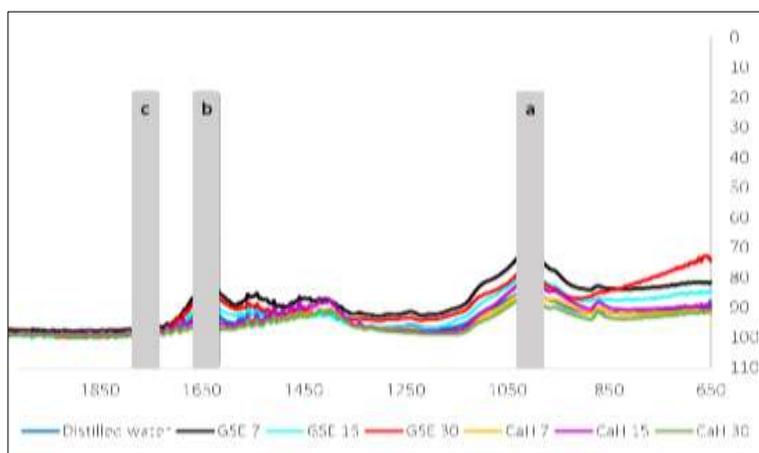


Figura 2. Resultados de FTIR após o contato com as medicações intracanáis nos tempos de exposição de 7, 15 e 30 dias. Picos de fosfato (a), amido (b) e ponto de estabilização da curva (c).

## TABELAS

Tabela 1 – Comparações Pareadas de Tukey: MIC X Tempo em relação a resistência à fratura da dentina radicular (esquerda) e resistência flexural da dentina radicular (direita). Informações de agrupamento usando método de Tukey e confiança de 95%.

MIC*tempo (RFrat)	Média	MIC*tempo (RFlex)	Média
ESU 7d(G4)	530,62 <sup>A</sup>	ESU 7d(G4)	431,59 <sup>A</sup>
ESU 15d(G5)	520,09 <sup>AB</sup>	ESU 15d(G5)	421,50 <sup>AB</sup>
ESU 30d(G6)	437,82 <sup>ABC</sup>	ESU 30d(G6)	394,64 <sup>AB</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 7d(G1)	426,00 <sup>BC</sup>	Ca(OH) <sub>2</sub> 7d(G1)	381,50 <sup>AB</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 15d(G2)	351,62 <sup>C</sup>	Ca(OH) <sub>2</sub> 15d(G2)	368,26 <sup>AB</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 30d(G3)	343,21 <sup>C</sup>	Ca(OH) <sub>2</sub> 30d(G3)	349,49 <sup>B</sup>

Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%. Médias que não compartilham uma letra na mesma coluna são significativamente diferentes.

Tabela 2 – Comparações Pareadas de Tukey: MIC X Tempo em relação a modulo de elasticidade (esquerda) e resistência coesiva da dentina radicular (direita). Informações de agrupamento usando método de Tukey e confiança de 95%.

MIC*tempo (ME)	Média	MIC*tempo (RC)	Média
Ca(OH) <sub>2</sub> 7d(G1)	1,76 <sup>A</sup>	ESU 30d(G6)	81,74 <sup>A</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 30d(G3)	1,76 <sup>A</sup>	ESU 7d(G4)	64,94 <sup>AB</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 15d(G2)	1,75 <sup>A</sup>	ESU 15d(G5)	57,87 <sup>AB</sup>
ESU 30d(G6)	1,67 <sup>A</sup>	Ca(OH) <sub>2</sub> 30d(G3)	45,03 <sup>BC</sup>
ESU 15d(G5)	1,66 <sup>A</sup>	Ca(OH) <sub>2</sub> 15d(G2)	37,92 <sup>C</sup>
ESU 7d(G4)	1,65 <sup>A</sup>	Ca(OH) <sub>2</sub> 7d(G1)	35,32 <sup>C</sup>

Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e Confiança de 95%. Médias que não compartilham uma letra na mesma coluna são significativamente diferentes.

*Tabela 3 – Relação apatita/colágeno dos grupos testados.*

<u>Grupo</u>	<u>(Média ± DP)</u>
Dentina (GC)	1,3 ± 0,4 <sup>C</sup>
ESU 7 dias (G4)	1,9 ± 0,2 <sup>BC</sup>
ESU 15 dias (G5)	1,1 ± 0,3 <sup>C</sup>
ESU 30 dias (G6)	1,6 ± 0,2 <sup>C</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 7 dias (G1)	4,1 ± 1,2 <sup>AB</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 15 dias (G2)	6,6 ± 2,0 <sup>A</sup>
Ca(OH) <sub>2</sub> 30 dias (G3)	5,2 ± 1,1 <sup>AB</sup>

*Letras diferentes indicam diferença estatística significativa ( $p \leq 0,05$ ).*

## **DISCUSSÃO**

As medicações intracanal (MIC) são fortemente recomendadas para melhorar a desinfecção do canal radicular (9), podendo ser consideradas ferramentas importantes durante o tratamento endodôntico para a eliminação de microrganismos e detritos (10). No entanto, Zare Jahromi (11) demonstraram que o medicamento intracanal pode afetar negativamente a dentina, devido às alterações causadas na estrutura. Assim, é importante que se busquem, como realizado em nossa pesquisa, MICs e tempos de aplicação alternativos, que influenciem o mínimo possível nas propriedades dentinárias.

A partir dos resultados obtidos, pode-se afirmar que a hipótese do estudo foi aceita, uma vez que tanto o Ca(OH)<sub>2</sub> quanto o ESU, quando utilizados como MIC, interferiram em algum grau nas propriedades mecânicas, porém o ESU apresenta resultados mais favoráveis. Tal afirmação se fundamenta no estudo de Vidal (12), segundo o qual as proantocianidinas derivadas de plantas, a exemplo do extrato de semente

de uva (ESU), têm a capacidade de imitar diferentes níveis de colágeno, resultando no aprimoramento da biomecânica e bioestabilidade de tecidos como a dentina.

O colágeno presente na dentina em sua maioria é do tipo I, rico em prolina, responsável pela rigidez e estabilidade (13). A ocorrência de interação de proteínas do colágeno e as proteínas existentes no ESU ocorrem por meio de ligações de pontes de hidrogênio, iônicas, covalentes ou ainda ligações hidrofóbicas (14), que são chamadas de ligações cruzadas. No colágeno a ligação é dada pela proteína (amina) com a hidroxila fenólica do ESU (15). Também é importante lembrar que o ESU age estabilizando a colagenase, enzima que degrada o colágeno (16) e dessa forma, melhora as propriedades mecânicas da dentina (17,18). Na ocorrência de desmineralização, a rede de colágeno fica exposta e com o uso de ESU sobre o colágeno desmineralizado, existe o aumento das ligações cruzadas, aumentando sua rigidez (19,20). Em nossa pesquisa, apesar da aplicação das MICs ter ocorrido em dentina não desmineralizada, notou-se uma ação mais favorável do ESU quando comparado ao  $\text{Ca(OH)}_2$ , ao se avaliarem os testes RFrat, RFlex e RC. Contudo, os resultados do FTIR demonstraram uma relação apatita/colágeno maior nos grupos com hidróxido de cálcio. Assim, pode-se dizer que não houve consonância dos resultados do FTIR com os resultados dos testes mecânicos realizados no presente estudo.

Notou-se que o tempo da utilização das MICs influenciou no prejuízo das propriedades dentinárias nos testes de Resistência à Fratura Radicular e Resistência Coesiva, sempre reportando o  $\text{Ca(OH)}_2$  como a MIC menos favorável. Tais resultados corroboram com os achados de Yassen e Platt (21), os quais sugerem que a exposição prolongada a

$\text{Ca(OH)}_2$  pode enfraquecer a dentina, tornando assim as raízes mais susceptíveis à fratura. Da mesma forma, Turk e Fidler (10) reportam que a aplicação de  $\text{Ca(OH)}_2$  por mais de 4 semanas tem efeito negativo sobre a força de união à dentina, fato que pode aumentar o risco de fraturas dentárias. Segundo Koshy (22) e Paulo (23), o enfraquecimento causado pelo  $\text{Ca(OH)}_2$  na dentina radicular ainda não está completamente compreendido. Uma hipótese é que provavelmente ocorra por uma ação de tal substância na matriz orgânica da dentina, determinada pelas fibras colágenas. O hidróxido de cálcio causaria a ruptura da ligação entre essas fibras e a hidroxiapatita (porção inorgânica da dentina) devido a sua alta alcalinidade, desencadeando a desnaturação das proteínas e proteoglicanos que fazem essa ligação. Esses fatores tornariam a estrutura dentinária mais dura, menos flexível e, conseqüentemente, mais friável.

Em nosso estudo, os valores do teste de resistência à fratura radicular foram maiores para o Grupo Controle. Em tal teste novamente se nota a MIC a base de  $\text{Ca(OH)}_2$  apresentando os resultados menos favoráveis, agravando-se com o passar do tempo. Nossos achados vêm ao encontro do relatado por Hoffmann (24), que realizaram um estudo *in vitro* avaliando o efeito de diferentes períodos de aplicação intracanal de  $\text{Ca(OH)}_2$  na resistência à compressão da dentina radicular de oitenta pré-molares inferiores, cujos resultados indicaram que o uso de tal substância como MIC por períodos de 14 e 90 dias reduziu a resistência à fratura da dentina radicular.

Quanto aos achados no teste de resistência flexural, pode-se observar que comparando as substâncias estudadas em relação ao tempo de utilização, o ESU quando utilizado por 7, 15 e 30 dias, foi semelhante ao  $\text{Ca(OH)}_2$  nos períodos de 7 e 15 dias. O tratamento com  $\text{Ca(OH)}_2$  por

30 dias apresentou os menores valores de resistência flexural, corroborando com Cvek (25), que relatam a diminuição da resistência à fratura da dentina radicular quando o  $\text{Ca(OH)}_2$  foi utilizado como curativo por longo período de tempo.

Os resultados do teste de módulo de elasticidade da dentina neste experimento permitem concluir que, independentemente do tempo testado, os grupos tratados com ambas as MIC apresentaram módulo de elasticidade estatisticamente semelhante. Castellan (26), ao caracterizarem as propriedades da matriz de dentina tratada com proantocianidinas, notaram um aumento no módulo de elasticidade da dentina desmineralizada com o aumento do tempo de exposição. Tal discrepância de resultados provavelmente se deva ao fato de que no presente estudo o ESU foi aplicado em dentina não desmineralizada, contrariamente ao que ocorreu no trabalho de Castellan (26).

Ao se analisar os resultados do teste de FTIR, observou-se que a MIC a base de ESU embora tenha sido semelhante ao grupo controle (água destilada) demonstrou resultados inferiores aos apresentados pelo hidróxido de cálcio. Além disso, não houve diferença entre os tempos avaliados. Estes achados são divergentes de Yang (27), que ao avaliarem as propriedades químicas (FTIR) e viscoelásticas da dentina após diferentes tempos de exposição a soluções de  $\text{NaOCl}$  5,25%, EDTA 17% e  $\text{Ca(OH)}_2$ , afirmam que a exposição da dentina ao  $\text{Ca(OH)}_2$  por 7 dias reduziu o comportamento viscoelástico, inferindo maior potencial de falha por fadiga. Al-Hiyasat (28) avaliaram o efeito do hidróxido de cálcio na composição dentinária e na resistência à fratura radicular utilizando-se de microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FTIR) e difração de raios-X.

Os autores concluíram que o  $\text{Ca(OH)}_2$  reduziu significativamente a resistência à fratura das raízes ao longo do tempo e que a exposição a tal produto reduziu a razão mineral/matriz e a cristalinidade da dentina. Contudo, conforme relatado por Oelichmann (29) os resultados do FTIR devem ser considerados com cautela pois a profundidade de penetração da radiação IR no método de reflexão total atenuada é da ordem de alguns microns. Além disso, os resultados da espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR) foram validados usando o teste de flexão de 3 pontos, o que pode ser também transferido para o presente estudo.

No teste de resistência coesiva, o Grupo Controle apresentou os maiores valores, seguido pelos grupos ESU e pelos grupos tratados com  $\text{Ca(OH)}_2$ , que apresentaram os resultados menos favoráveis. A resistência coesiva exerce uma função essencial na manutenção das propriedades estruturais da dentina radicular. Uma redução significativa desta propriedade mecânica pode aumentar a fragilidade da dentina radicular e as chances de ocorrer uma fratura vertical na raiz do elemento dentário (30). Neste cenário, é imprescindível que avaliações da resistência coesiva da dentina radicular sejam realizadas após o tratamento com diferentes protocolos de MIC. No presente estudo, a avaliação da resistência coesiva da dentina radicular foi realizada de acordo com estudo prévio de Marafiga (31), onde ampolhetas da dentina radicular foram confeccionadas, sendo submetidas ao tratamento com diferentes irrigantes finais e, posteriormente, ao teste de tracionamento em máquina de ensaio universal. A partir da presente avaliação quantitativa, se obtiveram os valores de resistência coesiva para elucidar a influência do ESU e do  $\text{Ca(OH)}_2$  na estrutura mecânica da dentina radicular. Pode-se ainda pontuar que nossos resultados vêm ao encontro

de trabalhos anteriores que utilizaram ESU como solução irrigante dos canais radiculares (7), demonstrando que esta substância não interfere negativamente na resistência à tração da dentina radicular.

Apesar dos achados da presente pesquisa, vale salientar que mais estudos devem ser realizados, uma vez que o presente experimento foi realizado *in vitro*, utilizando-se de dentes bovinos e com um formato restrito das amostras. Além disso, Akman (32) também relatam que existe a possibilidade de alterações anatômicas, como a variação dos dentes, que pode contribuir de maneira significativa no efeito de medicamentos intracanaís. Cecchin (7) sugeriram um possível escurecimento dental após o uso do ESU como MIC; assim, seria interessante que novas pesquisas avaliando a cor das amostras também fossem realizadas.

Após a realização do presente estudo, pode-se concluir que tanto o  $\text{Ca(OH)}_2$  quanto o ESU, quando utilizados como medicação intracanal, interferem em algum grau nas propriedades mecânicas da dentina, porém o ESU apresentou resultados mais favoráveis. O ME foi a única propriedade inalterada pelas medicações intracanaís e seus tempos de aplicação. Não houve consonância dos resultados do FTIR com os resultados dos testes mecânicos.

## **AGRADECIMENTOS**

Todos os autores não possuem vínculo ou envolvimento com qualquer organização comercial com interesse financeiro direto ou indireto nos materiais estudados nesse artigo.

## **REFERÊNCIAS**

1 HAAPASALO M, SHEN Y, WANG Z, GAO Y. Irrigation in endodontics. Br Dent J 2014; 216 (1): 299-303.

2 SAATCHI M, SHOKRANEH A, NAVAEI H, MARACY MR, SHOJAEI H. Antibacterial effect of calcium hydroxide combined with chlorhexidine on *Enterococcus faecalis*: a systematic review and meta-analysis. J Appl Oral Sci 2014; 22 (5): 356-65.

3 YASSEN GH, VAIL MM, CHU TG, PLATT JA. The effect of medicaments used in endodontic regeneration on root fracture and microhardness of radicular dentine. Int Endod J 2013; 46 (1): 688-95.

4 GU L, HUANG XQ, GRIFFIN B, BERGERON BR, PASLEY DH, NIU L, TAY FR. Primum non nocere - The effects of sodium hypochlorite on dentin as used in endodontics. Acta Biomater 2017; 61 (1): 144-56.

5 ANDREASEN JO, FARIK B, MUNKSGAARD EC. Long-term calcium hydroxide as a root canal dressing may increase risk of root fracture. Dental Traumatol 2002; 18 (1): 134-7.

6 GUIOTTI FA, KUGA MC, DUARTE MA, SANT'ANNA AJ, FARIA G. Effect of calcium hydroxide dressing on push-out bond strength of endodontic sealers to root canal dentin. Braz Oral Res 2014; 28 (1): 1-6.

7 CECCHIN D, FARINA AP, SOUZA MA, ALBARELLO LA, SCHNEIDER AP, VIDAL CMP, BEDRAN-RUSSO AK. Evaluation of antimicrobial effectiveness and dentine mechanical properties after use of chemical and natural auxiliary irrigants. J Dent 2015; 43 (6): 695-702.

8 SOUZA MA, DALLA LANA DL, PLETSCHE A, PALHANO HS, BERVIAN J, CARLI JP, CECCHIN D. Effectiveness of Grape Seed Extratec-Based Intracanal Dressings Against *Enterococcus faecalis* and Influence on Dentine Microhardness and Bond Strength of Filling Material. Biosci J 2020; 36 (6): 2288-96.

9 SARRAF P, ASSADI A, KIOMARSI N, MOHAMMADIAN F, ASSADI A, SHAMSHIRI AR. Effect of Intracanal medicaments on pull-out bond strength of fiber post cemented with a self-adhesive system. *Eur J Dent* 2019; 13 (1): 420-5.

10 TURK T, FIDLER A. Effect of medicaments used in endodontic regeneration technique on push-out bond strength of MTA and biodentine. *Biotechnol Biotechnol Equip* 2016; 30 (1): 140-4.

11 ZARE JAHROMI M, BAREKATAIN M, RAVANBOD S, RANIJBARIAN R, KOUSEHLAR S. Comparison of endodontic medicaments on bond strength of fiber post to root dentin using resin cement. *J Dent* 2017; 18 (1): 56-60.

12 VIDAL CM, ZHU W, MANOHAR S, AYDIN B, KEIDERING TA, MESSERSMITH PB, BREDAN-RUSSO A. Collagen-collagen interactions mediated by plant-derived proanthocyanidins: a spectroscopic and atomic force microscopy study. *Acta Biomater* 2016; 41 (1): 110-8.

13 PIESCO NP. Histologia da dentina. In: AVERY JK. Desenvolvimento e histologia bucal. 3. ed. Porto alegre: Artmed, 2005.

14 CASTELLAN CS, PEREIRA PN, VIANA G, CHEN SN, PAULI GF, BEDRAN-RUSSO AK. Solubility study of phytochemical cross-linking agents on dentin stiffness. *J Dent* 2010; 38 (5): 431-6.

15 GENROSA DM, SUPRASTIWI E, ASRIANTI D. Effect of grape seed extract against biodegradation of composite resin-dentin shear bond strength. *J Phys* 2017; 884 (1): 1-6.

16 KALRA M, IQBAL K, NITISUSANTA LI, DAOOD U, SUM CP, FAWZY AS. The effect of proanthocyanidins on the bond strength and durability of resin sealer to root dentine. *Int J Dent* 2013; 46 (2): 169-78.

17 BEDRAN-RUSSO AK, PASHLEY DH, AGEE K, DRUMMOND JL, MIESCKE KJ. Changes in stiffness of demineralized dentin following application of collagen cross-linkers. *J Biomed Mater Res Part B App Biomater* 2008; 86 (1): 33-4.

18 BEDRAN-RUSSO AK, VIDAL CM, DOS SANTOS PH, CASTELLAN CS. Long-term effect of carbodiimide on dentin matrix and resin-dentin bonds. *J Biomed Mater Res Part B App Biomater* 2010; 94 (1): 250-5.

19 BEDRAN-RUSSO AK, PEREIRA PNR, DUARTE WR, DRUMMOND JL, YAMAUCHI M. Application of cross linkers to dentin collagen enhances the ultimate tensile strength. *J Biomed Mater Res Part B App Biomater* 2007; 80 (1): 268-72.

20 SUGIONO REA, ASRIANTI D, MEUDYAWATI R. Effect of grape seed extract solution on the flexural strength of root canal dentin. *J Phys Conf Ser* 2018; 1013 (7): 1-5.

21 YASSEN GH, PLATT JA. The effect of nonsetting calcium hydroxide on root fracture and mechanical properties of radicular dentine: a systematic review. *Int Endod J* 2012; 46 (2): 112-8.

22 KOSHY M, PRABU M, PRABHAKAR V. Long Term effect of calcium hydroxide on the microhardness of human radicular dentin – a pilot study. *Int J Dent* 2011; 9 (2): 1-4.

23 PAULO AO, SILVA WO, DALBELLO DNG, CASTRO-SILVA II. Enfraquecimento dentária pelo uso de Hidróxido de Cálcio como Medicação Intracanal. *RBO* 2013; 7 (2): 182-6.

24 HOFFMANN JB, VITALI FC, HILLESHEIM LC, TEDESCO M, GARCIA LFR, BORTOLUZZI EA, TEIXEIRA CS. Effect of different periods of calcium hydroxide dressing on the fracture resistance of root dentin. *Gen Dent* 2021; 69 (5): 67-71.

25 CVEK, M. Prognosis of luxated non-vital maxillary incisors treated with calcium hydroxide and filled with guttapercha. *Endod Dent Traumatol* 1992; 8 (1): 45-55.

26 CASTELLAN CS, PEREIRA PN, GRANDE RHM, BEDRAN-RUSSO AK. Mechanical characterization of proanthocyanidin-dentin matrix interaction. *Dent Mater* 2010; 26 (10): 968-73.

27 YANG SY, LIU Y, MAO J, WU YB, DENG YL, QI SC, ZHOU YC, GONG S. Q. The antibiofilm and collagen stabilizing effects of proanthocyanidin as an auxiliary endodontic irrigant. *Int Endod J* 2020; 53 (1): 824-33.

28 AL-HIYASAT AS, EL-FARRAJ HS, ALEBRAHIM MA. The effect of calcium hydroxide on dentine composition and root fracture resistance of human teeth: An *in vitro* study. *Eur J of Oral Sci* 2021; 129 (4): 1-9.

29 OELICHMANN J. Surface and depth-profile analysis using FTIR spectroscopy. *Fresenius Z Anal Chem* 1989; 333 (4): 353-9.

30 QIAN W, SHEIN Y, HAAPASALO M. Quantitative analysis of the effect of irrigant solution sequences on dentin erosion. *J Endod* 2011; 37 (1): 1437-41.

31 MARAFIGA FA, BARBOSA AFA, SILVA EJNL, SOUZA MA, FARINA AP, CECCHIN D. Effect of glycolic acid and EDTA on dentin mechanical properties. *Aust Endod J* 2021; 48 (1): 27-31.

32 AKMAN M, AKBULUT MB, GÜNES ER, ELDENİZ AÜ. Effect of intracanal medicaments on the push-out bond strength of biodentine in comparison with bioaggregate apical plugs. *J Adhes Sci Technol* 2016; 30 (1): 459-67.