



Eficácia de uma solução experimental de proantocianidina-ácido fosfórico na resistência de união de sistemas adesivos universais e de condicionamento total à dentina

Efficacy of an experimental proanthocyanidin-phosphoric acid solution on bond strength of total etch and universal adhesives systems to dentin

Eficacia de una solución experimental de proantocianidina-ácido fosfórico sobre la fuerza de unión de sistemas adhesivos acondicionadores universales y totales a la dentina

Jamilly Carneiro Collyer², Vitória Moraes Marques¹, Marcelo Victor Sidou Lemos², Sérgio Lima Santiago¹, Vanara Florêncio Passos¹, Maria Denise Rodrigues de Moraes Bezerra².

RESUMO

Objetivo: Avaliar o efeito da incorporação de proantocianidina a 2% ao ácido fosfórico a 10% na resistência de união imediata de sistemas adesivos universais e convencionais à dentina. **Métodos:** Quarenta molares humanos foram seccionados com exposição de dentina e divididos (n=10) de acordo com a estratégia de condicionamento e adesivo: G1- 35% ácido fosfórico, Adper Single Bond 2 (SB - 3M ESPE); G2 – 10% ácido fosfórico + 2% proantocianidina, SB; G3 – 35% ácido fosfórico, Single Bond Universal (SBU - 3M ESPE); e G4 – 10% ácido fosfórico + 2% proantocianidina, SBU. Seguidamente, foram construídas camadas de resina composta (Filtek Z250 – 3M ESPE) e, após 24h, foram seccionadas e submetidas ao teste de microtração. Dois espécimes de cada grupo foram observados em microscopia eletrônica de varredura. Os dados foram submetidos aos testes de ANOVA e teste t não-pareado ($\alpha=0,05$). **Resultados:** Não houve diferença estatística entre os grupos quanto aos valores de resistência de união ($p=0,626$). Ao avaliar individualmente o tipo de sistema adesivo, alterando apenas o tratamento da superfície, não foram observadas diferenças ($p=0,146$; $p=0,779$, respectivamente para SB e SBU). **Conclusão:** O tratamento com ácido fosfórico contendo proantocianidina não prejudicou a resistência de união imediata em dentina.

Palavras-chave: Dentina, Condicionamento ácido do dente, Metaloproteínas da matriz.

ABSTRACT

Objective: To evaluate the effect of incorporating 2% proanthocyanidin into 10% phosphoric acid on the immediate bond strength of universal and conventional adhesive systems to dentin. **Methods:** Forty human molars were sectioned with dentin exposed and divided (n=10) according to the etching and adhesive strategy: G1 – 35% phosphoric acid, Adper Single Bond 2 (SB - 3M ESPE); G2 – 10% phosphoric acid + 2% proanthocyanidin, SB; G3 – 35% phosphoric acid, Single Bond Universal (SBU - 3M ESPE); and G4 – 10% phosphoric acid + 2% proanthocyanidin, SBU. Then, composite resin layers (Filtek Z250 – 3M ESPE) were constructed and, after 24h, they were sectioned and subjected to the microtensile test. Two specimens from

¹ Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza - CE.

² Universidade de Fortaleza (UNIFOR), Fortaleza - CE.

each group were observed under scanning electron microscopy. The data were subjected to ANOVA and unpaired t-test ($\alpha=0.05$). **Results:** There was no statistical difference between the groups regarding bond strength values ($p=0.626$). When individually evaluating the type of adhesive system, changing only the surface treatment, no differences were observed ($p=0.146$; $p=0.779$, respectively for SB and SBU). **Conclusion:** Treatment with phosphoric acid containing proanthocyanidin did not impair immediate bond strength in dentin.

Keywords: Dentin, Acid etching, Matrix metalloproteinases.

RESUMEN

Objetivo: Evaluar el efecto de la incorporación de proantocianidina al 2% en ácido fosfórico al 10% sobre la fuerza de adhesión inmediata en dentina de sistemas adhesivos universales y convencionales. **Métodos:** Se seccionaron 40 molares humanos para exponer la dentina y se dividieron ($n=10$) según el protocolo adhesivo. G1 - ácido fosfórico (AF) al 35% y Adper Single Bond 2 (SB - 3M ESPE); G2 - AF al 10% + 2% de proantocianidina y SB; G3 - AF al 35% y Single Bond Universal (SBU - 3M ESPE); y G4 - AF al 10% + 2% de proantocianidina y SBU. Las superficies tratadas se cubrieron con resina compuesta (Filtek Z250 – 3M ESPE) y, tras 24 h, se seccionaron para el ensayo de microtracción. Dos especímenes de cada grupo fueron analizados con microscopía electrónica de barrido. Los datos se analizaron con ANOVA y prueba t no apareada ($\alpha=0,05$). **Resultados:** No se observaron diferencias significativas en los valores de resistencia adhesiva entre los grupos ($p=0,626$), ni al evaluar el tipo de adhesivo individualmente, cambiando solo el tratamiento superficial ($p=0,146$ para SB y $p=0,779$ para SBU). **Conclusión:** La incorporación de proantocianidina en ácido fosfórico no afectó la fuerza de adhesión inmediata en dentina.

Palabras clave: Dentina, Grabado ácido dental, Metaloproteinasas de la matriz.

INTRODUÇÃO

A longevidade clínica de restaurações adesivas é um grande desafio para a Odontologia restauradora, o que pode ser determinada pelo tipo de adesivo e resina composta utilizado (YARMOHAMADI E, et al. 2023). Apesar dos avanços da odontologia adesiva, a ligação entre resina-dentina é diminuída com o tempo, devido à degradação de fibrilas de colágeno da camada híbrida, principalmente aquelas que foram desmineralizadas e não completamente impregnadas pelos sistemas adesivos, por metaloproteinasas de matriz (MMPs) e catepsinas (CHEN H, et al., 2023; DEL REY, YC, et al., 2022).

Diversas estratégias podem ser empregadas para a formação da camada híbrida. Os sistemas adesivos convencionais, a partir do uso de ácido fosfórico em concentrações de 30-40%, removem completamente a “smear layer”, expondo a malha de colágeno em um profundidade de 3 a 7, para infiltração de monômeros para garantir a adesão de restaurações compostas. Entretanto a dentina desmineralizada por esse processo não é completamente infiltrada pelos monômeros. Desse modo, fibras de colágeno desprotegidas tornam-se suscetíveis a ação de MMPs e catepsinas (DE-PAULA DM, et al., 2020; DEL REY, YC, et al., 2022).

Já os sistemas adesivos autocondicionantes modificam a “smear layer”, incorporando-a à camada híbrida. Diferentemente dos sistemas convencionais, teoricamente, não haveria exposição de fibrilas, uma vez que a infiltração dos monômeros da resina ocorre ao mesmo tempo da desmineralização da dentina. Entretanto, áreas de fibrilas sem proteção de monômeros podem ser observadas, sendo suscetíveis também à degradação hidrolítica e enzimática (DEL REY, YC, et al., 2022).

Nesse contexto, considerando o papel fundamental dos inibidores de MMPs, na tentativa de aumentar a estabilidade do colágeno e melhorar a durabilidade da ligação resina-dentina, a exemplo da clorexidina, galardina, galato de epigallocatequina, extrato da semente de uva, ácido poliacrílico, entre outros (PEDROSA VO, et al., 2018). Essas substâncias são capazes de formar novas ligações entre as cadeias de colágeno, conhecidas como ligações cruzadas, que melhoram as propriedades mecânicas das fibrilas de colágeno contra a degradação proteolítica. Ademais, são capazes de minimizar a atividade de MMPs da dentina (DEL REY, YC, et al., 2022).

A proantocianidina (PA), substância extraída da semente de uva (SU), é um agente reticulante natural do colágeno e apresenta propriedades antioxidantes, antibacterianas e anti-inflamatórias, além de baixa toxicidade. Ademais, é um potencial inibidor não seletivo de MMP, o que confere características benéficas para melhorar a matriz de dentina desmineralizada e melhorar a resistência da ligação resina-dentina. Ressalta-se que a PA não afeta a viabilidade e proliferação celular, o que torna seu uso seguro em odontologia e vantajoso em relação a certos reticuladores sintéticos que apresentam alta citotoxicidade, exemplo do glutaraldeído (BALALAIE A, et al. 2018; NISAR S, et al., 2023; CHEN H, et al., 2023).

Contudo, apesar das vantagens da utilização da PA, sua aplicação ao sistema adesivo não foi viável pois possui capacidade de eliminar radicais livres, dificultando a polimerização, o que, consequentemente, diminui a qualidade da resina e da interface de ligação (HASS V, et al., 2021). Outra alternativa, seria sua incorporação aos primers, entretanto, acrescentaria outra etapa no processo de adesão, motivando alguns pesquisadores a investigar os efeitos de menores tempos de aplicação e a sua inclusão na formulação do ácido fosfórico (DE-PAULA DM, et al., 2020; NISAR S, et al., 2023).

Desse modo, para viabilizar a aplicação clínica, suscitou a investigação dos efeitos de menores tempos de aplicação e da sua inclusão na formulação do ácido fosfórico. Sendo assim, estudos vêm sendo realizados testando a incorporação do agente PA na composição do ácido fosfórico, Liu Y et al. (2014) descobriram que a formulação preferível de condicionamento foi identificada para ter 2% de PA e <20% de ácido fosfórico. Ressalta-se que foi verificado que a incorporação da 2% PA em 10% ácido fosfórico mostrou resultados promissores na estabilização da interface de ligação dentina-resina sem efeitos adversos na análise imediata (24h) e após 6 meses (HASS V, et al., 2016).

Entretanto, não há estudos científicos avaliando o efeito da proantocianidina na otimização da resistência adesiva para sistemas adesivos universais na modalidade convencional. Assim, o objetivo do estudo foi avaliar o efeito da incorporação da 2% proantocianidina no ácido fosfórico a 10% na resistência de união imediata de sistemas adesivos universais e de condicionamento total à dentina.

MÉTODOS

Preparo das Amostras

Um total de 40 terceiros molares humanos hígidos extraídos (sem cárie ou qualquer falha de desenvolvimento, fraturas e trincas) foram utilizados. Os dentes foram coletados após obtenção do consentimento informado dos pacientes sob um protocolo aprovado pelo Comitê de Ética da Universidade de Fortaleza (nº. CAAE 68020117.0.0000.5052, nº. do Parecer: 2.110.205, Ceará, Brasil). Os dentes foram lavados, curetados, armazenados em água destilada, e utilizados no prazo de quatro meses após a obtenção. Cada dente teve sua porção radicular cortada 2mm abaixo e 2mm acima da junção-esmalte-cimento (**Figura 1A**), com auxílio de uma máquina de corte de tecido duro (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA) provida de disco diamantado dupla face (Buehler, Lake Bluff, EUA), com água destilada como irrigante para promover refrigeração. Após o corte, sua face oclusal foi abrasionada utilizando a Politriz (Arotec modelo Aropol-2V, SP, Brasil) com lixa de carbetto de silício de granulação 180 para remoção de ilhas de esmalte expondo somente dentina, em seguida foi utilizada uma lixa de granulação 600 por 30 segundos (LIU Y, et al., 2014), para aumento da área de exposição da dentina e formação de lama dentinária padronizada.

Grupos Experimentais

Os dentes foram separados aleatoriamente em grupos experimentais (n=10). As superfícies dos espécimes foram condicionadas, a depender do grupo, com 35% ácido fosfórico (Ultra-Etch, Ultradent Products Inc., Salt Lake City, UT, EUA) por 15 segundos ou 10% ácido fosfórico + 2% de proantocianidina por 30 segundos. Este agente condicionante foi preparado pela mistura de etanol, água destilada, ácido fosfórico a 10% e agentes com proantocianidina a 2% (HASS V, et al., 2016). Após o condicionamento, as superfícies foram lavadas com água destilada durante 30 segundos, secas com papel absorvente durante cinco segundos e mantidas ligeiramente úmidas para a aplicação do sistema adesivo (Adper Single Bond 2 ou Single Bond Universal, 3M ESPE, St Paul, MN, EUA) de acordo com as instruções do fabricante (**Tabela 1**).

Em seguida, foi confeccionada uma camada de resina de 4mm de altura (Filtek Z250 A2, 3M ESPE, St Paul, MN, EUA), a partir de incrementos de até 2 mm (Figura 1.C). Cada incremento foi fotopolimerizado (Allure Poly 600, KaVo, Biberach, BW, Alemanha) por 20 segundos, de acordo com as recomendações do fabricante. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas.

Tabela 1 - Composição dos materiais utilizados e seus respectivos protocolos de aplicação.

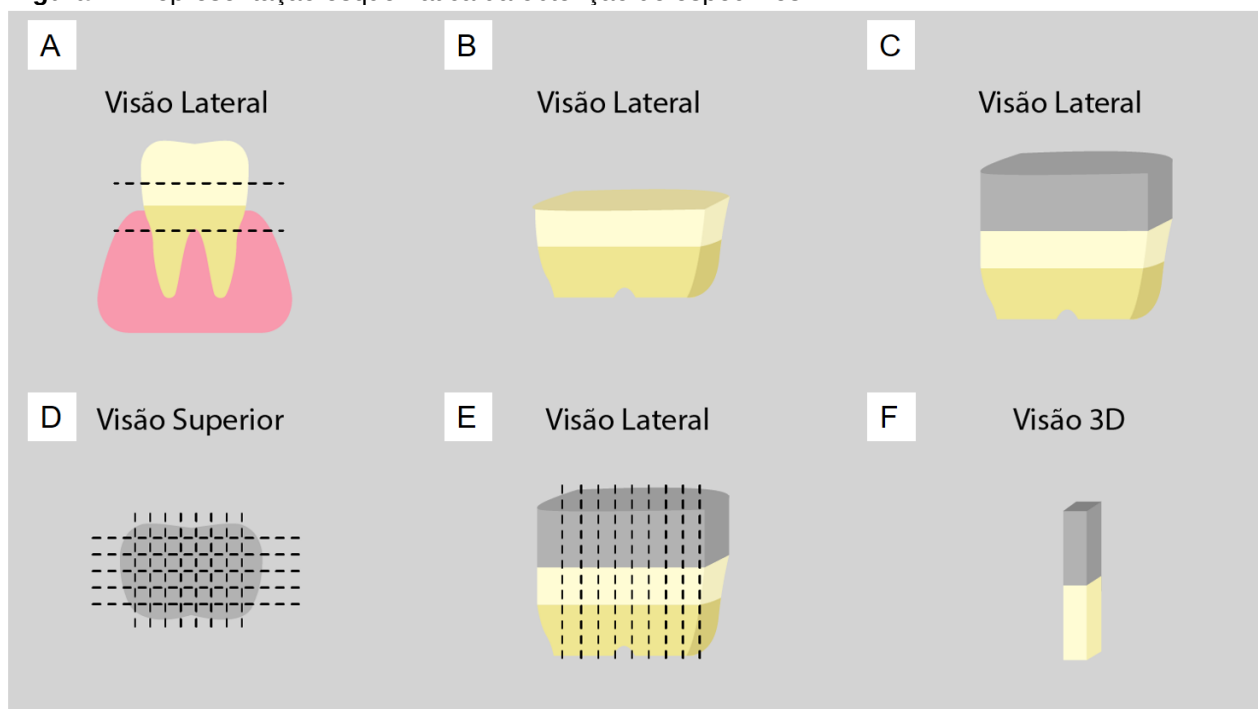
Material	Composição	Modo de aplicação
Ultra-Etch ® 35% (Ultradent)	35% de ácido fosfórico, aluminato de cobalto espinélio azul e siloxano (sílica+oxigênio+metano).	1. Aplicação por 15s; 2. Lavagem por 30s; 3. Secagem com papel absorvente por 5s.
Ácido manipulado	10% de ácido fosfórico, 2% de proantocianidina, etanol e água destilada.	1. Aplicação de 80µl da solução por 30s, com auxílio de micropipeta e fricção ativa com microbrush; 2. Lavagem por 30s; 3. Secagem com papel absorvente por 5s.
Adesivo Adper™ Single Bond 2 (3M ESPE)	BisGMA, HEMA, dimetacrilatos, etanol, água, um inovador sistema fotoiniciador e um copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e polialcenóico.	1. Aplicação ativa de duas camadas por 15s; 2. Leves jatos de ar por 5s para evaporação do solvente; 3. Polimerização do adesivo por 10s.
Adesivo Single Bond Universal (3M ESPE)	MDP, BisGMA, HEMA, dimetacrilatos, etanol, água, um inovador sistema fotoiniciador e um copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e polialcenóico, silano	1. Aplicação ativa de duas camadas por 15s; 2. Leves jatos de ar por 5s para evaporação do solvente; 3. Polimerização do adesivo por 10s.
Resina Filtek™ Z250 XT, A2 (3M ESPE)	Matriz orgânica: Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA e canforoquinona Parte inorgânica: Zircônia/Sílica com 82% em peso (60% em volume). O tamanho médio das partículas é de 0,6 µm.	Inserção incremental de camadas com no máximo 2 mm e fotoativação de 20s cada incremento.

Legenda: UDMA - uretano dimetacrilato; BisEMA - Bisfenol A-polietileno glicol diéter dimetacrilato; Bis-GMA - Bisfenol A-diglicidil éter dimetacrilato; HEMA - 2-hidroxietilmetacrilato; MDP - 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato.

Fonte: Manual do Fabricante; Collyer JC, et al., 2025.

Após o tempo de armazenamento de 24 horas, os espécimes foram seccionados perpendicularmente à interface de união (nos sentidos mesiodistal e vestibulolingual) em uma máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA), sob refrigeração de água constante, para obter espécimes em formato de amostras com, aproximadamente, 1 mm² de área de secção quadrada (**Figura 1.D, E, F**). A área de cada amostra foi mensurada com auxílio de um compasso de calibre digital (Digimatic absoluto, Mitutoyo, Tóquio, Japão).

Figura 1 - Representação esquemática da obtenção de espécimes.



Fonte: Collyer JC, et al., 2025.

Teste de Microtração

Para realizar o teste de microtração, cada espécime foi acoplado a um dispositivo na máquina de testes (Jig de Geraldeli) com auxílio de cola de cianoacrilato (Super Bonder Gel, Loctite, São Paulo, Brasil) e submetido ao teste em uma máquina de ensaios universal (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com força de tração com velocidade de 0,5 mm/min. A resistência adesiva foi calculada pela razão entre a força máxima registrada durante o ensaio (N) e área de união (mm²), expressa em megapascal (MPa), automaticamente pelo *software* do equipamento para cada amostra.

Análise do Padrão de Fratura

Para realizar a análise do padrão de fratura, os espécimes foram levados à lupa estereoscópica (Leica Microsystems, S8APO, Wetzlar, Alemanha). Por meio de análise descritiva, os modos de fratura foram classificados como coesiva quando em dentina ou resina, adesiva quando a falha ocorreu na interface resina-dentina e mista quando a falha ocorreu na interface resina/dentina com falha parcial do substrato vizinho.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Dois dos espécimes de cada grupo foram montados em suportes de alumínio, em corte transversal, (stubs) por meio de fita dupla face de carbono (Electron Microscopy Sciences, Washington 19034, EUA) e desidratados durante 24 horas em recipiente contendo sílica gel. Seguidamente revestidos com liga de ouro/paládio, mediante o processo de metalização, realizado com o equipamento evaporador, programado com uma corrente de 45mA por 100 segundos. Assim constituídos, os espécimes foram observados em microscópio eletrônico de varredura (Quanta FEG 450, FEI Company, Oregon, EUA) à uma aceleração de voltagem de 20kV, distância de trabalho (work distance) de 8.8mm, e abertura das lentes objetivas (spotsizes) de 30nm.

Análise Estatística

A média e o desvio padrão dos valores de resistência à microtração da mesma superfície de dentina foram avaliados, sendo a unidade estatística o dente e não o palito. Valores de falhas prematuras não foram incluídos na média do dente pela baixa frequência do modo de fratura. Teste de Kolmogorov–Smirnov foi

realizado para verificar se os dados apresentam uma distribuição normal de dados. Após a observação de normalidade dos dados, os resultados de resistência de união de cada tipo de sistema adesivo utilizado foram submetidos a teste t não-pareado. Para comparação de todos os grupos foi utilizado o teste ANOVA. Para todos os testes, o nível de significância estabelecido foi de 5%. Todos os procedimentos estatísticos foram realizados utilizando o software SPSS 16.0 para Windows.

RESULTADOS

Na análise dos dados de microtração, não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos ($p=0,626$). Bem como não existiu diferença, ao se avaliar individualmente o tipo de sistema adesivo ($p=0,146$; $p=0,779$, respectivamente para Adper Single Bond 2 e Single Bond Universal) (**Tabela 2**).

A média das áreas transversais dos espécimes variou de 0.8 mm^2 a 1.05 mm^2 . Os valores do padrão de fratura em porcentagem (%) são apresentados na **Tabela 3**. Para todos os grupos testados, o padrão de fratura mais prevalente foi a adesiva/mista.

Tabela 2 - Média e desvio padrão dos valores de resistência de união dentina/resina para todos os grupos.

Grupos	Tratamento	Adesivo	Média (DP)
G1	Ácido fosfórico 35%	Adper Single Bond 2*	54,18 (7,06) A
G2	2% de PA + Ácido fosfórico 10%	Adper Single Bond 2*	48,08 (10,55) A
G3	Ácido fosfórico 35%	Single Bond Universal**	50,64(11,94) A
G4	2% de PA + Ácido fosfórico 10%	Single Bond Universal**	52,18(12,07) A

$p=0,146$; ** $p=0,779$; ANOVA; $p=0,626$.

Fonte: Collyer JC, et al., 2025.

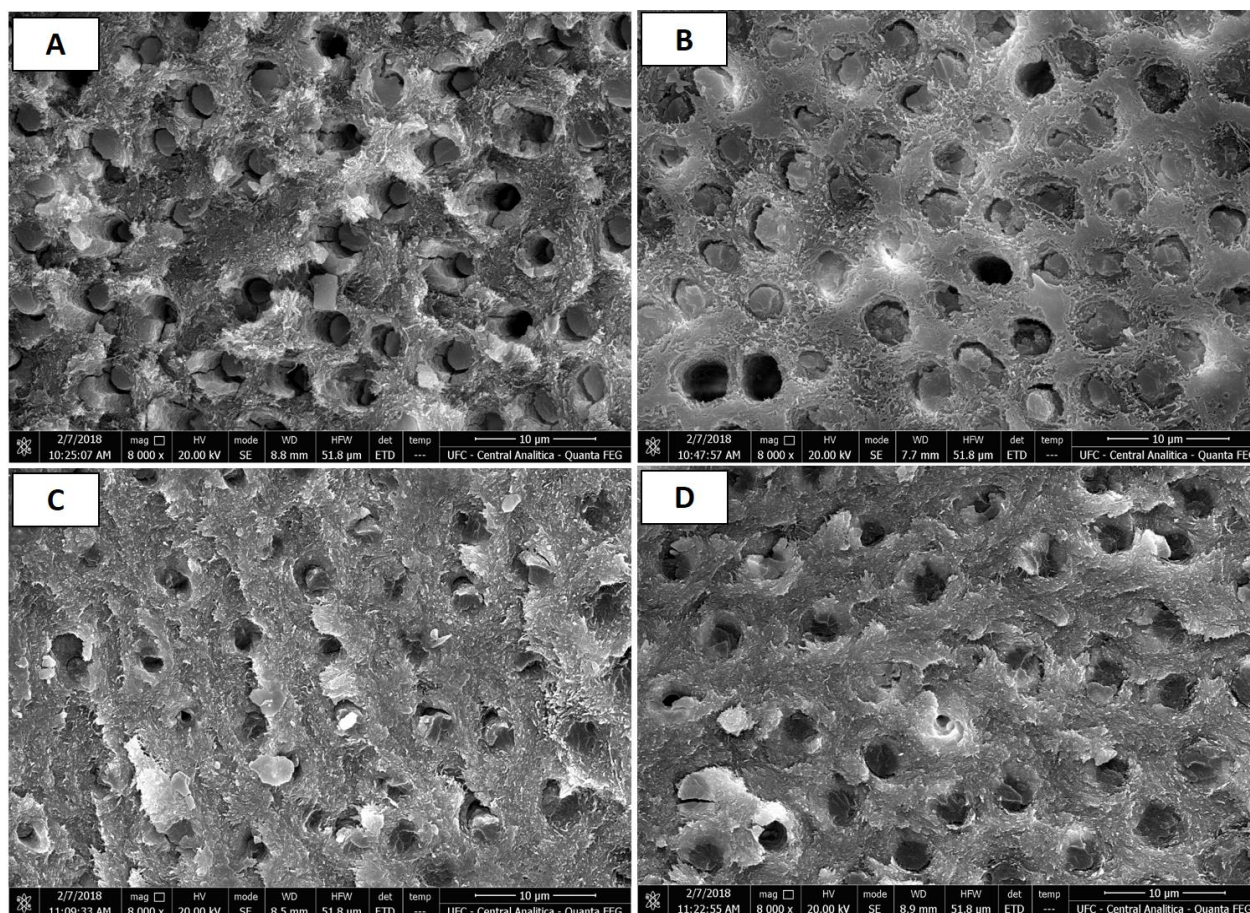
Tabela 3 - Padrão de fratura (%) obtido em cada condição experimental.

Grupos	Fratura adesiva/mista	Fratura coesiva em resina	Fratura coesiva em dentina
G1	59,2	28,6	12,2
G2	81,2	11,5	7,3
G3	76,9	17,5	5,6
G4	76	13,4	10,6

$p=0,146$; ** $p=0,779$; ANOVA; $p=0,626$.

Fonte: Collyer JC, et al., 2025.

Figura 2 – Imagens representativas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).



Legenda: A: G1 – ácido fosfórico a 35% + SB; B: G2 – ácido fosfórico a 10% com 2% de PA + SB; C: G3 – ácido fosfórico a 35% + SBU; D: G4 – ácido fosfórico a 10% com 2% de PA + SBU (8000X).

Fonte: Collyer JC, et al., 2025.

A **Figura 2** mostra imagens representativas da análise MEV dos espécimes fraturados, apresentando uma distribuição do padrão de fratura que não variou entre os grupos experimentais. As imagens são muito semelhantes, mostrando alguns túbulos obliterados e uma pequena parte dos túbulos abertos, ou seja, a imagem representativa dos grupos com ácido fosfórico modificado a 10% é muito semelhante aos grupos com ácido fosfórico a 35%, corroborando com os resultados quantitativos de microtração.

DISCUSSÃO

A tecnologia dos sistemas adesivos evoluiu rapidamente desde que foi introduzida há mais de cinquenta anos por Buonocore MG (1955), que deu início a Odontologia adesiva. A união produzida pelo ácido fosfórico se mostrou mais forte e durável, principalmente em esmalte. Porém, o sucesso da técnica adesiva em dentina demorou mais tempo para se consolidar, devido às suas diferenças morfofisiológicas (VAN MEERBEEK AD, et al., 2011; REIS A e LOGUERCIÓ AD, 2007). Nesse contexto, ainda existem desafios pertinentes no que diz respeito à adesão à dentina. Apesar da capacidade de condicionamento com ácido fosfórico ser eficaz no aumento da resistência de união dentinária dos sistemas adesivos, ele também é capaz de ativar metaloproteínas de matriz (MMPs), resultando na degradação da interface de união dente/restauração ao longo dos anos (NISAR S, et al., 2023; HASS V, et al., 2021; BUONOCORE MG, 1955).

O uso de proantocianidina (PA) como agente formador de ligações cruzadas na matriz de colágeno desmineralizada, por promover estabilidade dos polipeptídeos e inativar o sítio catalítico das proteases, têm mostrado resultados promissores visando garantir longevidade das restaurações (NISAR S, et al., 2023; LIU Y, et al., 2011). Contudo, segundo Al-Amr A, et al. (2009), a melhoria das propriedades mecânicas e maior

resistência de união são dependentes da aplicação do PA por um longo tempo clínico (1 hora), o que inviabiliza seu uso. Visando diminuir o tempo de tratamento com PA, para torná-lo clinicamente aplicável, Castellan CS, et al. (2010) testaram o uso de 6,5% PA, em dois tempos de tratamento (10 minutos e 1 hora), porém mostraram que não houve diferença estatística entre os grupos em função do tempo. Dessa forma, mesmo encontrando bons resultados com tempo de tratamento de 10 minutos, este ainda não é clinicamente viável, além de acrescentar mais uma etapa ao procedimento clínico restaurador.

Dessa maneira, objetivando reduzir o tempo clínico, bem como evitar o acréscimo de um passo clínico, o presente estudo testou a incorporação da proantocianidina a 2% na composição do ácido fosfórico, seguindo dados observados por Liu Y e Wang Y (2013) e Liu Y, et al. (2014). Em tais estudos foi estabelecido que o tratamento de 2% em peso ou mais de PA por 30s foi suficiente para tornar o colágeno dentinário desmineralizado protegido contra a degradação enzimática. Sendo assim, alguns estudos vêm utilizando essa nova perspectiva para tentar garantir a longevidade de restaurações adesivas em dentina (LIU Y, et al., 2014; HASS V, et al., 2016; LOGUERCIO AD, et al., 2017). Mas nenhum testou a associação de PA e de ácido fosfórico associada a um adesivo universal. Assim, o presente estudo constatou que a baixa concentração de ácido fosfórico (10%) produziu resultados semelhantes de resistência de união dentinária, quando comparado a concentração comercialmente usada (~35%), estando de acordo com outros estudos anteriores (LIU Y, et al., 2014; HASS V, et al., 2016; KATO G e NAKABAYASHI N, 1996; GOES MF, et al., 1998). Além disso, foi possível verificar que o agente condicionante manipulado contendo a substância de proantocianidina extraída da semente de uva (PA) não teve sua eficácia prejudicada, uma vez que mostrou resultados semelhantes ao de 35%, em ambos sistemas adesivos testados.

Em um estudo de Del Rey YC, et al. (2022) foi avaliada a resistência de união *in vitro* utilizando ácido modificado com 10% PA em ácido fosfórico a 30%, em comparação a um ácido fosfórico experimental a 35%, a sistema adesivo de condicionamento total (Ultra-Etch) e a um sistema autocondicionante (Clearfil SE Bond), no período de imediato (24h) e seis meses. Verificou-se que a incorporação da PA ao ácido fosfórico não foi suficiente para reduzir significativamente a atividade de MMP, entretanto essa associação ainda foi capaz de melhorar a estabilidade da ligação resina-dentina em comparação com sistemas de condicionamento total e autocondicionamento.

Hass V, et al. (2016) realizaram estudo comparativo de resistência de união *in vitro* utilizando ácido modificado com 2% PA em ácido fosfórico a 10% e 35% ácido fosfórico, com sistema adesivo Adper Single Bond 2 (SB), no período de imediato (24h) e seis meses. Ambos os condicionadores resultaram em valores de resistência de união semelhantes no período imediato, no entanto a força de união estável só foi observada para o ácido fosfórico a 10% contendo PA após seis meses de armazenamento em água. Estes resultados obtidos no período imediato sem diferença estatisticamente significantes, corroboram com o presente estudo, porém a análise de seis meses se faz necessária para avaliação da estabilidade da força de união a longo prazo.

Os resultados demonstraram que os diversos tipos de sistemas adesivos simplificados, tanto SB quanto SBU tiveram comportamentos estatisticamente semelhantes no período avaliado, corroborando com os resultados encontrados no estudo de Gre CP, et al. (2016). Em contrapartida, o estudo de Muñoz MA, et al. (2013), testaram resistência de união imediata de diferentes marcas de sistemas adesivos universais e nenhum dos materiais mostrou comportamento semelhante aos dos grupos controles (SB e Clearfill SE), o sistema adesivo SBU testado tanto no modo auto-condicionante quanto no de condicionamento total obtiveram resultados inferiores de resistência de união em comparação ao SB ($p < 0,05$). Isso se deve, provavelmente, à presença do polímero ácido polialcenóico (PAC) na composição do SBU, e que este copolímero pode competir com o monômero MDP e por ligação ao cálcio da hidroxiapatita. Além de prejudicar a ligação de MDP à dentina, o copolímero de ácido polialcenóico poderia impedir a aproximação de monômeros durante a polimerização, devido ao seu alto peso molecular (MUÑOZ MA, et al., 2015). No entanto, isso parece não ter ocorrido no estudo, talvez devido a diferença comportamental de acordo com a profundidade da dentina testada, visto que quanto mais profunda, menor conteúdo de hidroxiapatita presente (GRE CP, et al., 2016).

Microscopicamente, podemos verificar uma certa semelhança na manutenção da presença da camada híbrida para todos os grupos, os achados visuais de superfície apresentam dados que corroboram com os achados quantitativos, pois estes dados não houveram diferenças estatisticamente significantes. O que também pode ser observado no estudo de Takamizawa T, et al. (2019), quando se comparou os achados microscópicos dos grupos dos sistemas adesivos convencionais.

Algumas limitações devem ser consideradas, a exemplo da curta vida útil do ácido contendo extrato da uva (proantocianidina) devido à evaporação do etanol ao longo do tempo, já que a solubilidade limitada das proantocianidinas em ácido fosfórico requer um solvente orgânico durante a preparação. Ademais, embora os resultados do presente estudo tenham sido satisfatórios, é sabido que uso de agentes de ligação cruzada como pré-condicionantes ou incorporado aos condicionantes possui mais relevância quando são avaliados a longo prazo, devido a sua capacidade de melhorar propriedades mecânicas da dentina e garantir maior estabilidade na interface de união. Ainda assim, a incorporação de PA ao ataque ácido pode ser uma abordagem clinicamente viável para superar algumas desvantagens do processo restaurador adesivo. Desse modo, estudos futuros precisam ser conduzidos para avaliar o desempenho a longo prazo desse novo protocolo de condicionamento dentário em sistemas adesivos simplificados.

CONCLUSÃO

Inibidores seletivos de MMPs, como a proantocianidina, surgem como agentes promissores no processo de degradação da camada híbrida, podendo influenciar positivamente na resistência da ligação resina-dentina e, conseqüentemente, na longevidade das restaurações adesivas. O protocolo de condicionamento dentinário com 10% de ácido fosfórico associado a 2% de PA não prejudicou a resistência adesiva de adesivos universal ou convencionais, mostrando-se, portanto, uma abordagem viável para futuros estudos que busquem proteger a camada híbrida. Ademais, essa combinação pode contribuir para o desenvolvimento de estratégias mais eficazes na manutenção da integridade da interface adesiva ao longo do tempo.

AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer à Central Analítica-UFC/CT-INFRA/MCTI-SISNANO/Pró-Equipamentos CAPES pelo suporte técnico e ao professor Said Gonçalves da Cruz Fonseca pelo apoio e orientação.

REFERÊNCIAS

1. AL-AMMAR A, et al. The use of collagen cross-linking agents to enhance dentin bond strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2009;91:419-424.
2. BALALAIE A, et al. Dual function of proanthocyanidins as both MMP inhibitor and crosslinker in dentin biomodification: A literature review. *Dental Materials Journal*, 2018; 37(2): 173–182.
3. BUONOCORE MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.*, 1955; 34(6):849-853.
4. CASTELLAN CS, et al. Mechanical characterization of proanthocyanidin-dentin matrix interaction. *Dent Mater*, 2010; 26:968-973.
5. CHEN H, et al. Effect of collagen cross-linkers on dentin bond strength: A systematic review and network meta-analysis. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, 2023; 10:01-19.
6. DEL REY YC, et al. Phosphoric acid containing proanthocyanidin enhances bond stability of resin/dentin interface. *Brazilian Dental Journal*, 2022; 33(4):62-70.
7. DE-PAULA DM, et al. Influence of collagen cross-linkers addition in phosphoric acid on dentin biomodification and bonding of an etch-and-rinse adhesive. *Dental Materials*, 2020; 36(1):e1-e8.
8. GOES MF, et al. Morphological Effect of the Type, Concentration and Etching Time of Acid Solutions on Enamel and Dentin Surfaces. *Braz Dent J* 1998;9(1):3-10.

9. GRE CP, et al. Microtensile bond strength of a universal adhesive to deep dentin. *Brazilian Dental Science*, 2016; 29:104-110.
10. HASS V, et al. The effect of proanthocyanidin-containing 10% phosphoric acid on bonding properties and MMP inhibition. *Dent Mater*, 2016; 32(3):468-475.
11. HASS V, et al. Methacrylate-functionalized proanthocyanidins as novel polymerizable collagen cross-linkers – Part 1: efficacy in dentin collagen bio-stabilization and cross-linking. *Dent Mater*. 2021; 37(7):1183–1192.
12. KATO G, NAKABAYASHI N. Effect of phosphoric acid concentration on wet-bonding to etched dentin. *Dent Mater* 1996;12:250–255.
13. LIU R, et al. The effect of transient proanthocyanidins preconditioning on the cross-linking and mechanical properties of demineralized dentin. *J Mater Sci Mater Med*, 2011; 22:2403-2411.
14. LIY Y, WANG Y. Proanthocyanidins' efficacy in stabilizing dentin collagen against enzymatic degradation: MALDI-TOF and FTIR analyses. *J Dent* 2013;41:535-542.
15. LIU, Y, et al. Addition of grape seed extract renders phosphoric acid a collagen-stabilizing etchant. *J Dent Res*, 2014; 93:821–827.
16. LOGUERCIO AD, et al. Acid Etching with Modified Phosphoric Acid to Increase the Longevity of the Bonded Interface. *J Adhes Dent*, 2017; 19(3):195-201.
17. MUÑOZ MA, et al. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Operative dentistry*, 2015; 40(3):282-292.
18. MUÑOZ MA, et al. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent.*, 2013; 41(5): 404-411.
19. NISAR S, et al. Dual-functional etchants that simultaneously demineralize and stabilize dentin render collagen resistant to degradation for resin bonding. *Dental Materials*, 2023; 39(11):1004-1012.
20. PEDROSA VO et al. Effects of caffeic acid phenethyl ester application on dentin MMP-2, stability of bond strength and failure mode of total-etch and self-etch adhesive systems. *Archives of Oral Biology*, 2018; 94:16–26.
21. REIS A, LOGUERCIO AD. *Materiais Dentários Restauradores Diretos – dos Fundamentos à Aplicação Clínica*. 1.ed. São Paulo: Santos, 2007.
22. TAKAMIZAWA T, et al. SEM observation of novel characteristic of the dentin bond interfaces of universal adhesives. *Dent Mater*; 2019; 35(12):1791-1804.
23. VAN MEERBEEK B, et al. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater* 2011;27(1):17-28.
24. YARMOHAMADI E, et al. Comparative Evaluation of Application of Universal Bonding on the Microtensile Bond Strength of Light Cure and Dual Cure Composites Bonded to Dentin. *Front Dent*. 2023; 20(39): 01-09.