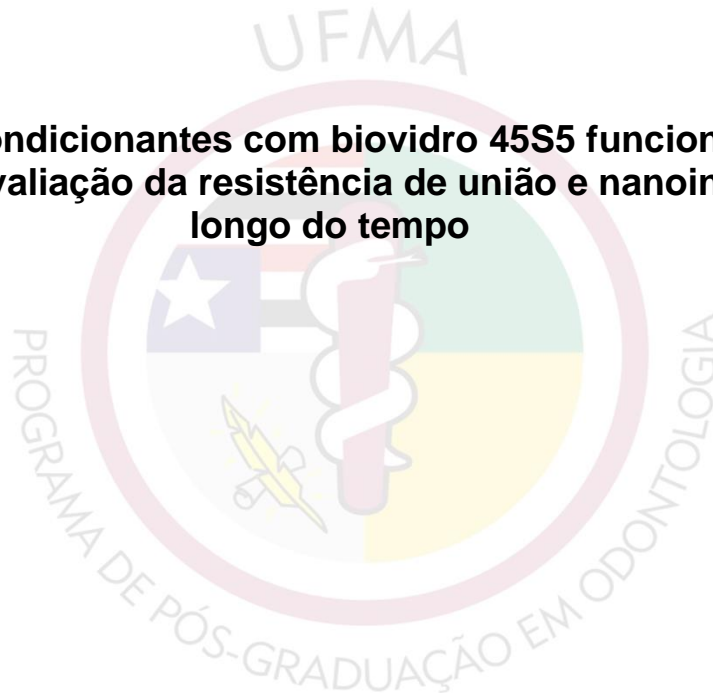




UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO
CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
MESTRADO EM ODONTOLOGIA



Adesivos autocondicionantes com biovidro 45S5 funcionalizados com clorexidina: Avaliação da resistência de união e nanoinfiltração ao longo do tempo



**SÃO LUÍS
2025**

FELIPE CATARINO DE ASSIS

Adesivos autocondicionantes com biovidro 45S5 funcionalizados com clorexidina: Avaliação da resistência de união e nanoinfiltração ao longo do tempo

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Odontologia

Orientador: Darlon Martins Lima

Co-orientador: José Roberto de Oliveira Bauer

**SÃO LUÍS
2025**

Ficha gerada por meio do SIGAA/Biblioteca com dados fornecidos pelo(a) autor(a).
Diretoria Integrada de Bibliotecas/UFMA

Assis, Felipe Catarino de.

Adesivos autocondicionantes com biovidro 45S5
funcionalizados com clorexidina: Avaliação da resistência
de união e nanoinfiltração ao longo do tempo / Felipe
Catarino de Assis. - 2025.

34 p.

Coorientador(a) 1: José Roberto de Oliveira Bauer.

Orientador(a): Darlon Martins Lima.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-graduação em
Odontologia/ccbs, Universidade Federal do Maranhão, São
Luís - Ma, 2025.

1. Adesivos. 2. Remineralização Dentária. 3.
Clorexidina. I. Bauer, José Roberto de Oliveira. II.
Lima, Darlon Martins. III. Título.

FELIPE CATARINO DE ASSIS

Adesivos autocondicionantes com biovidro 45S5 funcionalizados com clorexidina: Avaliação da resistência de união e nanoinfiltração ao longo do tempo

A Comissão julgadora da Defesa do Trabalho Final de Mestrado em Odontologia, em sessão pública realizada no dia 03/02/2025, considerou a candidato(a).

() APROVADO

() REPROVADO

- 1) Examinador: Profa. Dra. Karina Kato De Castro
- 2) Examinador: Prof. Dr. Paulo Vitor Campos Ferreira
- 3) Suplente: Profa. Dra. Leily Macedo Firoozmand
- 4) Suplente: Profa. Dra. Allana da Silva e Silva Dias
- 5) Presidente (Orientador): Prof. Dr. Darlon Martins Lima

AGRADECIMENTOS

Gostaria de expressar minha profunda gratidão, de forma objetiva, a algumas pessoas essenciais nesta jornada. Primeiramente, agradeço a Deus, por me guiar em cada passo. Agradeço também à minha mãe e à minha irmã, pelo apoio incondicional ao longo de todo o processo. Meu sincero agradecimento aos meus orientadores, professor Darlon Lima e professor José Bauer, por compartilharem seus conhecimentos durante este percurso. Sou grato aos meus colegas do BIOMMA e aos meus colegas da minha turma do Mestrado, e um agradecimento especial à minha amiga Geyna, que dividiu comigo o laboratório no meu primeiro ano de mestrado, e às queridas Natália, Sabrina e Tayssa, pelo apoio e companheirismo. Por fim, um agradecimento especial ao Gabiru que sempre traz leveza aos momentos mais difíceis, e à Kiara que se tornou meu refúgio e alívio diante do estresse diário.

RESUMO

Os sistemas adesivos desempenham um papel fundamental em procedimentos restauradores, mas sua durabilidade pode ser comprometida pela degradação da camada híbrida devido à atividade de enzimas colagenolíticas, como MMPs. Estratégias para melhorar a longevidade das interfaces adesivas incluem o uso de partículas bioativas, como o vidro bioativo 45S5, que promove remineralização e funcionalização com fármacos. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união e o padrão de nanoinfiltração de um sistema adesivo experimental autocondicionante contendo partículas de biovidro 45S5 funcionalizadas com clorexidina. **Materiais e métodos:** Foram avaliados sistemas adesivos autocondicionantes experimentais contendo partículas de vidro bioativo 45S5 funcionalizadas ou não com clorexidina, em diferentes concentrações (5% e 20%), utilizando 48 terceiros molares humanos. A resistência de união foi testada em 24 horas e após 6 meses, e a nanoinfiltração foi analisada com nitrato de prata e MEV. Um sistema adesivo comercial e outro experimental sem partículas foram usados como controles. A análise estatística incluiu ANOVA Two-Way e teste de Holm-Sidak ($\alpha = 0,05$). **Resultados:** Os testes de resistência de união à dentina revelaram diferenças significativas entre os tempos de avaliação 24 horas e após seis meses ($p < 0,001$), sem interação significativa entre tipo de adesivo e tempo ($p = 0,526$), indicando que o desempenho dos adesivos seguiu tendências similares. O envelhecimento reduziu a resistência de união em todos os adesivos testados. A análise de nanoinfiltração indicou uma interação significativa entre adesivo e tempo ($p = 0,016$), com o adesivo 45S5 5% mostrando melhora após 6 meses, superando o controle ($p < 0,05$), enquanto o 45S5 20% apresentou piora. O 45S5 CHX 5% também teve desempenho superior ao 45S5 20%, evidenciando a influência da composição e do tempo de armazenamento na nanoinfiltração. **Conclusões:** Embora os valores de resistência de união à dentina tenham sido similares entre os grupos, o adesivo experimental 45S5 5% demonstrou maior estabilidade no teste de nanoinfiltração após seis meses, destacando seu potencial como material bioativo para melhorar a durabilidade das interfaces resina-dentina. A funcionalização com clorexidina também contribuiu positivamente, reforçando sua viabilidade para inibir a degradação da interface ao longo do tempo.

Palavras chaves: Adesivos; Remineralização Dentária; Clorexidina

ABSTRACT

Adhesive systems play a fundamental role in restorative procedures, but their durability can be compromised by the degradation of the hybrid layer due to the activity of collagenolytic enzymes, such as MMPs. Strategies to improve the longevity of adhesive interfaces include the use of bioactive particles, such as 45S5 bioglass, which promotes remineralization and functionalization with drugs. The aim of this study was to evaluate the bond strength and nanoleakage pattern of an experimental self-etching adhesive system containing 45S5 bioglass particles functionalized with chlorhexidine. Materials and methods: Experimental self-etching adhesive systems containing 45S5 bioglass particles functionalized or not with chlorhexidine, at different concentrations (5% and 20%), were evaluated using 48 human third molars. Bond strength was tested 24 hours and after 6 months, and nanoleakage was analyzed with silver nitrate and SEM. A commercial adhesive system and an experimental adhesive system without particles were used as controls. Statistical analysis included Two-Way ANOVA and Holm-Sidak test ($\alpha = 0.05$). Results: Bond strength tests to dentin revealed significant differences between the immediate and six-month evaluation times ($p < 0.001$), with no significant interaction between adhesive type and time ($p = 0.526$), indicating that the performance of the adhesives followed similar trends. Aging reduced bond strength in all adhesives tested. Nanoleakage analysis indicated a significant interaction between adhesive and time ($p = 0.016$), with the 45S5 5% adhesive showing improvement after 6 months, outperforming the control ($p < 0.05$), while 45S5 20% showed worsening. 45S5 CHX 5% also outperformed 45S5 20%, evidencing the influence of composition and storage time on nanoleakage. Conclusions: Although the bond strength values to dentin were similar between the groups, the experimental adhesive 45S5 5% demonstrated greater stability in the nanoleakage test after six months, highlighting its potential as a bioactive material to improve the durability of resin-dentin interfaces. Functionalization with chlorhexidine also contributed positively, reinforcing its viability to inhibit interface degradation over time.

Key words: Adhesives; Tooth Remineralization; Chlorhexidine

SUMÁRIO

RESUMO	6
<i>ABSTRACT</i>	7
1. INTRODUÇÃO.....	9
2. CAPÍTULO I.....	12
RESUMO	12
2.1. INTRODUÇÃO.....	13
2.2. MATERIAIS E MÉTODOS	14
2.2.1. Delineamento experimental	14
2.2.2. Funcionalização dos vidros bioativos	15
2.2.3. Preparo dos adesivos	15
2.2.4. Teste de resistência de união à dentina e análise do padrão de fratura	16
2.2.5. Avaliação de nanoinfiltração	17
2.2.6. Análise estatística.....	17
2.3. RESULTADOS	18
2.4. DISCUSSÃO.....	21
2.5. CONCLUSÃO	24
REFERÊNCIAS	25
REFERÊNCIAS	28
Anexo A: parecer do comitê de ética em pesquisa.....	31
Anexo B: normas da revista.....	33

1. INTRODUÇÃO

A dentina, um tecido duro e heterogêneo, composto por aproximadamente 50% de material inorgânico, 30% de material orgânico e 20% de água, representa um substrato desafiador para a adesão (YAGHMOOR *et al.*, 2022). Sua composição é influenciada pela sua posição relativa dentro do dente, sua idade e a presença e / ou ausência de doença, o que torna o mecanismo de adesão mais complexo (SPENCER *et al.*, 2010).

O componente inorgânico da dentina é formado principalmente de cristais de hidroxiapatita, enquanto a fase orgânica é constituída predominantemente por fibrilas de colágeno. Além disso, a dentina caracteriza-se pela presença de múltiplos túbulos dentinários que se estendem desde a junção amelodentinária até a polpa, tornando-a um substrato permeável e naturalmente úmida devido ao fluido dentinário que preenche os túbulos, de composição supostamente semelhante ao plasma (DING *et al.*, 2023; SPENCER *et al.*, 2010).

Devido a estrutura heterogênea da dentina, para que se tenha sucesso das restaurações adesivas, tanto a curto como a longo prazo, é necessário a infiltração adesiva eficaz dentro da rede de colágeno (FRONZA; BRAGA; CADENARO, 2022).

A camada híbrida, ou a ligação entre os monômeros adesivos e a matriz dentinária exposta, deve ser preservada para uma boa estabilidade de união dentinária. Nesse cenário, os sistemas adesivos autocondicionantes ganharam destaque por sua capacidade de interagir com a dentina de maneira simplificada, sem a necessidade de remoção completa da *smear layer*. Esses sistemas incorporam a *smear layer* na interface adesiva e promovem a infiltração da resina simultaneamente à desmineralização e infiltrando na rede de colágeno superficial da dentina. Isso diminui a sensibilidade técnica associada ao condicionamento ácido total (BEDRAN-RUSSO *et al.*, 2017; BRESCHI *et al.*, 2008, 2025; RODRIGUES *et al.*, 2015; VAN MEERBEEK *et al.*, 2003). Os monômeros ácidos presentes nos sistemas adesivos autocondicionantes e universais são responsáveis pela dissolução parcial do *smear layer*, evitando assim a exposição completa dos túbulos dentinários. Assim, abordando problemas relacionados à penetração incompleta da resina e reduzindo a atividade enzimática na camada híbrida que são observados no sistema adesivo de condicionamento total. (MANCUSO *et al.*, 2023).

A camada híbrida formada por esses sistemas adesivos autocondicionantes não penetra mais de 1 µm na dentina, e não se observam muitos tags de resina (BRESCHI *et*

al., 2025; TSUJIMOTO *et al.*, 2022). Esses sistemas incluem adesivos de uma e duas etapas, além de adesivos universais no modo autocondicionante (TSUJIMOTO *et al.*, 2022). No entanto, independentemente do tipo de sistema adesivo (condicionamento total ou autocondicionante), sua aplicação tem sido associada à ativação de enzimas normalmente inativas na dentina, como as metaloproteinases de matriz dentinária (MMPs) e as catepsinas cisteínicas (CTs), o que pode resultar em distúrbios na dentina e na camada híbrida (MANCUSO *et al.*, 2023). As metaloproteinases de matriz endógenas são os fatores cruciais da degradação das fibrilas de colágeno infiltradas de forma incompleta na camada híbrida, e a degradação da camada híbrida pode diminuir a durabilidade das ligações resina-dentina (KIJSAMANMITH *et al.*, 2023).

Entretanto, essa incompleta incorporação da matriz de colágeno leva a penetração de água circundando a matriz de colágeno. Essa condição expõe as fibrilas de colágeno à degradação por meio das proteases endógenas (MMPs e CTs) e permite ainda mais a penetração de água na camada híbrida, causando plastificação da resina adesiva e tensão mecânica nas fibrilas de colágeno comprometendo a estabilidade da interface adesiva (BRESCHI *et al.*, 2025).

Esse processo decorre da hidrólise tanto da resina quanto da rede colágeno, enfraquecendo as propriedades mecânicas da interface adesiva, essa especificidade destaca a necessidade de estratégias que promovam maior estabilidade da camada híbrida (BRESCHI *et al.*, 2025). A clorexidina (CHX) é amplamente reconhecida como um agente inibidor de metaloproteinases de matriz (MMPs), responsáveis pela degradação da camada híbrida. Sua eficácia está associada à prevenção das atividades enzimáticas da matriz dentinária, provavelmente devido à sua capacidade de atuar como um agente quelante catiônico, interagindo com íons de zinco e cálcio presentes nas MMPs (GIACOMINI *et al.*, 2020; NG *et al.*, 2023). Pode ser usada como pré-tratamento da dentina ou é um componente do sistema adesivo demonstrando potencial em reduzir a atividade dessas enzimas (BRITO *et al.*, 2023; MARAVIĆ *et al.*, 2019).

Apesar da CHX usada como pré-tratamento da dentina ter mostrado bons resultados, no entanto, acrescenta-se mais um passo no procedimento clínico e por isso a necessidade de incorporá-la ao sistema adesivo (MARAVIĆ *et al.*, 2019).

Outra estratégia usada para prolongar a durabilidade da camada híbrida é o uso de vidros bioativos como o biovidro 45S5, podendo ser usado com jateamento ou solução de reumidificação após o condicionamento ou também incorporada a sistemas adesivos

(BAUER *et al.*, 2019; CAVALEIRO-DE-MACEDO *et al.*, 2024). Sua degradação promove a liberação controlada de íons cálcio (Ca^{2+}) e fosfato (PO_4^{3-}), que não apenas alteram a composição química do meio, mas também aumentam o pH da solução, criando um ambiente ideal para a mineralização. Esse processo é complementado pela formação de uma camada de silanol (Si-OH) na superfície do material, que atua como base para a nucleação e crescimento de cristais de hidroxiapatita, favorecendo o reparo e a regeneração dentinária. Graças à sua alta eficiência na liberação de íons bioativos e à capacidade de formar nanoprecusores de hidroxiapatita, o Biovidro 45S5 consolidou-se como um agente terapêutico versátil e promissor em materiais odontológicos (BRITO *et al.*, 2023).

Estudos indicam que os silicatos possuem a capacidade de carrear fármacos, ampliando significativamente suas aplicações terapêuticas. Brito *et al.*, 2023 demonstraram que a funcionalização do Biovidro 45S5 com clorexidina não apenas preservou a formação de precipitados bioativos, como também manteve as concentrações de íons cálcio (Ca^{2+}) e fosfato (PO_4^{3-}) em sua estrutura. Essa funcionalização é facilitada pela presença de grupos silanol (Si-OH) na superfície dos silicatos, que interagem com as porções alcalinas das moléculas de clorexidina (BRITO *et al.*, 2023). Além dessa interação química, a clorexidina também pode ser incorporada por absorção, devido à característica higroscópica do vidro 45S5.

A incorporação desses dois materiais ao sistema adesivo autocondicionante pode representar uma estratégia inovadora e promissora para o desenvolvimento de novos materiais odontológicos, com benefícios terapêuticos adicionais, como a liberação controlada de fármacos e a melhora da estabilidade da camada híbrida.

2. CAPÍTULO I

Adesivos autocondicionantes com biovidro 45S5 funcionalizados com clorexidina: Avaliação da resistência de união e nanoinfiltração ao longo do tempo

RESUMO

Objetivo: Avaliar a resistência de união e o padrão de nanoinfiltração de um sistema adesivo experimental autocondicionante contendo partículas de vidro bioativo 45S5 funcionalizadas com clorexidina. **Materiais e Métodos:** Sistemas adesivos autocondicionantes experimentais contendo vidro bioativo 45S5 (5% e 20%) com ou sem clorexidina foram avaliados em 48 terceiros molares humanos. A resistência de união foi testada em 24 horas e após 6 meses de armazenamento em água. A nanoinfiltração foi analisada por nitrato de prata e MEV. Sistemas adesivos comerciais e experimentais sem partículas foram usados como controles. A análise estatística incluiu ANOVA Two-Way e teste de Holm-Sidak ($\alpha = 0,05$). **Resultados:** Testes de resistência de união à dentina mostraram diferenças significativas entre os tempos de avaliação ($p < 0,001$), indicando desempenho similar ao longo do tempo. O envelhecimento reduziu a resistência de união em todos os adesivos. A análise de nanoinfiltração revelou interação significativa entre adesivo e tempo ($p = 0,016$), com o adesivo 45S5 5% apresentando melhora após 6 meses, superando o controle ($p < 0,05$). O 45S5 20% teve pior desempenho, e o 45S5 CHX 5% foi superior ao 45S5 20%, evidenciando a influência da composição e tempo de armazenamento. **Conclusões:** O adesivo 45S5 5% demonstrou maior estabilidade na nanoinfiltração após seis meses, destacando seu potencial para melhorar a durabilidade das interfaces resina-dentina. A funcionalização com clorexidina não prejudicou o desempenho, sugerindo que este sistema pode ser uma alternativa viável para aumentar a longevidade das restaurações.

Palavras chaves: Adesivos; Remineralização Dentária; Clorexidina

2.1. INTRODUÇÃO

A utilização de sistemas adesivos no procedimento restaurador é uma etapa crítica, cujo êxito está condicionado a múltiplos fatores [1–4]. Durante esse processo, o adesivo interage com o substrato dentinário, formando uma zona híbrida que integra a resina à estrutura dentária. No entanto, a impregnação do adesivo na rede de colágeno não ocorre de maneira uniforme, o que resulta em diferentes níveis de infiltração [3,5–8]. Essa limitação é especialmente pronunciada em sistemas adesivos convencionais, onde o condicionamento e a infiltração são realizados em etapas separadas. Por outro lado, os sistemas autocondicionantes combinam essas etapas em um único passo, proporcionando uma interação mais eficiente com o substrato [2,6,7,9].

As fibrilas de colágeno não infiltradas na camada híbrida representam sítios de degradação, onde enzimas colagenolíticas endógenas, como metaloproteinases de matriz (MMPs) e catepsinas de cisteína, decompõem as fibras expostas. Essas enzimas são produzidas durante o desenvolvimento dentário e, após a mineralização da matriz de colágeno, permanecem inativas e aprisionadas na matriz calcificada [5–8,10]. O ambiente ácido induzido pelos sistemas adesivos ativa as MMPs, resultando na degradação das fibras de colágeno. Esse processo aumenta o teor de água por meio de ligações peptídicas, prejudicando a interface de união e comprometendo a durabilidade da camada híbrida [1,3,5,7,9].

Estratégias têm sido propostas para reduzir os danos causados pela degradação da camada adesiva, como o uso de partículas bioativas que induzem a formação mineral nas áreas degradadas [7,11,12]. Essas partículas liberam íons Ca/P e promovem a nucleação de hidroxiapatita [11,13,14]. Dentre essas partículas, diversos estudos investigaram a aplicação de vidro bioativo (BAG) como agentes remineralizantes em materiais restauradores, nos últimos anos. O Bioglass® 45S5 (45% SiO₂, 24,5% Na₂O, 24,5% CaO e 6% P₂O₅) corresponde a principal composição deste material [4,12,14].

Recentemente, foi demonstrado que, além de induzir a formação de hidroxiapatita, as partículas de vidro bioativo (silicatos) também são capazes de transportar fármacos por meio de interações químicas com os grupos silanol (Si-OH) presentes em sua superfície [(14)]. Brito et al., funcionalizaram partículas de vidro bioativo 45S5 com clorexidina e as incorporaram em um sistema adesivo, com o objetivo de adicionar atividade antimicrobiana ao material [(14)]. Além disso, Gomes et al., funcionalizaram partículas de fluoralumínio silicato com clorexidina em um cimento de ionômero de vidro experimental, conferindo atividade antimicrobiana e melhorando as propriedades mecânicas [15].

Em tratamentos restauradores, a clorexidina (CHX) tem sido amplamente utilizada como inibidor de metaloproteinases de matriz (MMPs). Soluções de CHX a 2% podem ser empregadas como pré-condicionadores para reumedecer e proteger a camada de colágeno [3,10,14,16,17]. Embora sua aplicação isolada seja eficaz, a introdução de CHX como componente em sistemas adesivos oferece vantagens significativas, como a simplificação do protocolo clínico e a eliminação de etapas adicionais [3,10,14,17].

Considerando a reconhecida ação da clorexidina como agente inibidor de enzimas proteolítica e as propriedades do vidro bioativo de induzir a deposição mineral e de carrear fármacos, seria promissor desenvolvimento de um sistema adesivo contendo partículas de biovidro 45S5 funcionalizadas com clorexidina.

Portanto, o objetivo desse estudo foi avaliar a resistência de união e o padrão de nanoinfiltração de um sistema adesivo experimental autocondicionante contendo diferentes concentrações de partículas de biovidro 45S5 funcionalizadas ou não com clorexidina. Adicionalmente, a hipótese nula deste estudo propõe que a funcionalização das partículas de biovidro 45S5 com clorexidina não reduzirá a resistência adesiva e não afetará o padrão de nanoinfiltração do sistema adesivo experimental.

2.2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.2.1. Delineamento experimental

O projeto foi submetido ao comitê de ética da Universitário da Universidade Federal do Maranhão - UFMA, e aprovado com o número de CAAE: 76254023.4.0000.5086 e número do parecer: 6.663.701. Para a realização do estudo foram coletados quarenta e oito terceiros molares humanos hígidos.

Foram utilizados 6 tipos de materiais: Controle comercial: (1) adesivo Clearfil SE Bond (Kuraray); Controle experimental: (2) sistema adesivo autocondicionante experimental sem biovidro; (3) sistema adesivos autocondicionante experimental + 45S5 5%; sistema adesivo autocondicionante experimental + 45S5 20%; sistema adesivo autocondicionante experimental + 45S5 5%-CHX; sistema adesivos autocondicionante experimental + 45S5 20%-CHX.

Tabela 1 - Composição dos adesivos utilizados

Adesivo	Composição
Clearfil SE Bond	Primer: HEMA, 10-MDP, dimethacrylate aliphatic hydrophobic, CQ, N,N-diethanol-p-toluidine, water and accelerators. (LOTE: 4R0406) Bond: Bis-GMA, HEMA, 10-MDP, dimethacrylate aliphatic hydrophobic, colloidal silica, CQ, initiators and accelerators. (LOTE: 5B0803)
Controle	Primer: GDMA-P, HEMA, UDMA, TEGDMA, água e etanol Bond: Bis-GMA, TEGDMA, EDB, CQ
45S5 5% 45S5 20%	Primer: GDMA-P, HEMA, UDMA, TEGDMA, água e etanol Bond: Bis-GMA, TEGDMA, EDB, CQ, vidro bioativo 45S5 (concentrações de 5%, e 20%).
45S5-CHX (5%) 45S5-CHX (20%)	Primer: GDMA-P, HEMA, UDMA, TEGDMA, água e etanol Bond: Bis-GMA, TEGDMA, EDB, CQ, vidro bioativo 45S5 (concentrações de 5%, e 20% funcionalizado com clorexidina previamente)

Bis-GMA: bisfenol-A glicidil metacrilato; CQ: canforoquinona; 10-MDP: 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; GDMA-P: 1,3-dimetacrilato de glicerol fosfato; HEMA: hidroxietilmetacrilato; TEGDMA: tri etileno glicol dimetacrilato; UDMA: dimetacrilato de uretano EDB: ethyl 4-(dimethylamino)benzoate.

2.2.2. Funcionalização dos vidros bioativos

O processo de funcionalização das partículas de vidro bioativo 45S5 (Sylc, OSsray Ltd., Londres, Reino Unido) foi realizado via processo de capilaridade, onde 10mg de 45S5 foi incorporada em 1ml de solução de clorexidina 20%. A mistura foi mantida sob agitação durante 10 minutos, em agitador magnético. Em seguida, a solução foi centrifugada e o sobrenadante foi descartado. O pellet resultante foi submetido a processo de secagem a 37°C em estufa a vácuo durante 12 horas [14].

2.2.3. Preparo dos adesivos

Os sistemas adesivos foram preparados de acordo com estudo prévio realizado através da mistura de um *blend* de monômeros com o auxílio de um agitador magnético em ambiente com temperatura e umidade controladas (Tabela 1). Após a incorporação do vidro bioativo, os materiais foram centrifugados (SpeedMixer, FlackTek, Carolina do Sul, EUA) para homogeneização completa. Um adesivo experimental sem partículas (controle experimental) também foi formulado [18]. O adesivo Clearfil SE Bond (Kuraray) foi utilizado como controle comercial para esse estudo.

2.2.4. Teste de resistência de união à dentina e análise do padrão de fratura

Os dentes foram divididos de acordo com os seus grupos experimentais (n=8) [19]. Superfícies dentinárias planas de terceiros molares foram criadas após a remoção do esmalte oclusal com um disco diamantado de baixa velocidade (Isomet 1000 – Buheler, Illinois, EUA) sob irrigação. A dentina exposta e livre de esmalte foi lixada com lixa de carbeto de silício de granulação 600 por 60 segundos para padronização da camada de *smear layer*. As superfícies de dentina foram examinadas em microscópio com aumento de 40x para confirmação da ausência de esmalte.

Para os procedimentos adesivos, foi feita a limpeza com um ciclo de ultrassom de 5 minutos secagem da superfície dentinária para a aplicação do primer autocondicionante de forma ativa por 20 segundos, com posterior uso de um leve jato de ar. Em seguida, foi realizada a aplicação do adesivo (10s) seguida de fotoativação com o aparelho fotopolimerizador 1200 mW/cm² (Radii-cal, SDi, Victoria, Austrália) por 10 segundos.

Após a aplicação do adesivo, foram confeccionadas restaurações com resina composta LLIS (FGM, BR) com aproximadamente 6,0 mm de altura, em três incrementos de 2mm. Cada incremento de resina foi fotoativado por 20 segundos com um aparelho fotopolimerizador 1200 mW/cm² (Radii-cal, SDi, Victoria, Austrália). As unidades experimentais foram em seguida armazenadas em 37°C por 24 h em solução de contendo água destilada.

Para a execução dos ensaios, cada corpo de prova foi fixado com cera pegajosa a um dispositivo da máquina de corte (ISOMET 1000 – Buehler, Illinois, EUA) com a interface de união perpendicular ao disco de corte. Foram realizadas duas sequências de cortes longitudinais e perpendiculares entre si para obtenção de corpos de prova com formato de palitos e com área de seção retangular de aproximadamente 0,9 mm². O número de palitos perdidos prematuramente durante o preparo dos corpos de prova em forma de palitos foi anotado.

Os corpos de prova de cada dente foram então divididos de forma aleatória em 2 grupos para serem testados em diferentes tempos: 24 horas e após 6 meses após sua confecção e de seu armazenamento em solução de água destilada a 37°C. Cada corpo de prova, em seu respectivo período de análise, foi fixado com cola de cianoacrilato gel em uma garra. Esta garra era acoplada a uma máquina de ensaios universal (Inston 3342, Cantom, EUA), de maneira que as tensões de tração ocorressem perpendicularmente à interface da união. Os ensaios foram realizados a uma velocidade de 0,5 mm/min até a ruptura do corpo de prova e os resultados expressos em MPa. A análise dos corpos de prova fraturados foi realizada em estereomicroscópio (40X) e classificada nos seguintes

padrões: 1) coesiva de dentina; 2) coesiva de resina composta; 3) adesiva/mista na interface. Dois corpos de prova de cada grupo foram avaliados em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) [Hitachi, modelo TM3030, Japão] [18].

2.2.5. Avaliação de nanoinfiltração

Todos os corpos de prova de resina-dentina selecionados para este teste foram revestidos com duas camadas de esmalte aplicado até 1 mm aquém das interfaces de união. Os palitos de resina-dentina foram imersos em solução de nitrato de prata amoniacal a 50% em peso em escuridão total por 24 h, enxaguados abundantemente em água destilada e imersos em uma solução fotorreveladora (Kodak, Nova York, EUA) por 8 h sob luz fluorescente para reduzir os íons de prata em grãos de prata metálicos dentro dos vazios ao longo da interface ligada.

Os corpos de prova foram montados em stubs de alumínio e polidos com papel SiC de granulação 600, 1000, 1500 e 2000 em uma politriz universal (Aropol-e, Arotec, São Paulo, Brasil). Em seguida, foram limpos com ultrassom, secos ao ar e desidratados em dessecador por 24 horas. As interfaces foram observadas usando um microscópio eletrônico de varredura (TM3030, Hitachi, Tóquio, Japão). Para padronizar a aquisição das imagens, três imagens de cada corpo de prova foram capturadas em aumento de 1000x. As imagens foram capturadas no centro e nas extremidades do corpo de prova. Dois corpos de prova de resina-dentina foram avaliados por dente, e oito dentes foram usados para cada condição experimental, resultando na avaliação de 18 imagens por grupo. Um técnico que desconhecia as condições experimentais capturou todas as imagens. A porcentagem relativa de nanoinfiltração nas áreas da camada adesiva foi medida em todas as imagens usando o software ImageJ (NIH, Maryland, EUA) [18].

2.2.6. Análise estatística

A análise estatística foi realizada utilizando o *software* SigmaPlot (Systat Software Inc., San Jose, Califórnia, EUA). Todos os dados foram submetidos ao teste de Shapiro-Wilk para determinar a normalidade. Os dados de resistência de união à dentina e nanoinfiltração foram submetidos a ANOVA Two-Way (w-fator) e Holm-Sidak para contraste entre as médias ($\alpha = 0.05$). Os dados sobre a distribuição de fraturas e o número de falhas foram apresentados descritivamente.

2.3. RESULTADOS

A análise dos dados de resistência de união a dentina não apresentou uma interação entre os fatores principais adesivo vs. tempo ($P=0,379$). Também não foi possível observar uma diferença estatística entre os adesivos testados ($P=0,282$). A análise estatística apontou uma diferença estatística apenas no fator tempo, onde o tempo 24 h apresentou valores de resistência de união maior do que o período de 6 meses ($p<0,001$).

Os gráficos A e B apresentam a análise comparativa do padrão de fratura entre os grupos experimentais. Foram observadas diferenças na distribuição do tipo de fratura em função do grupo experimental, tanto no tempo de 24 horas quanto após 6 meses. Destaca-se que o grupo Clearfil SE Bond apresentou uma frequência maior de fraturas coesivas em comparação aos grupos do adesivo experimental nos dois tempos avaliados.

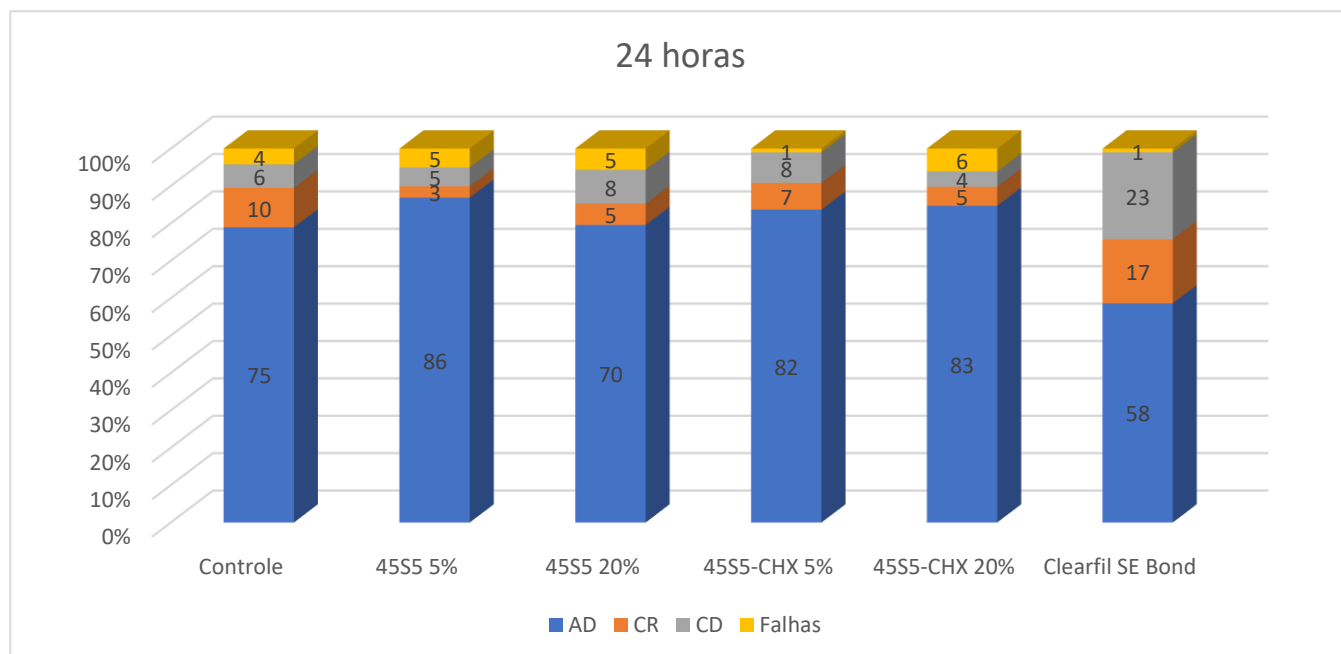
Tabela 2. Distribuição de médias e desvio padrão da resistência de união à dentina

Grupos	24 Horas ^A	6 Meses ^B
Controle	54,2 ± 10,8	32,6 ± 10,2
45S5 5%	55,9 ± 15,0	47,5 ± 10,3
45S5 20%	56,0 ± 17,2	42,7 ± 9,5
45S5-CHX 5%	54,9 ± 11,0	41,6 ± 11,1
45S5-CHX 20%	46,9 ± 9,6	36,0 ± 15,0
Clearfil SE Bond	54,0 ± 16,6	44,2 ± 5,5

Letras diferentes aponta diferenças estatisticamente significantes ($p<0,05$)

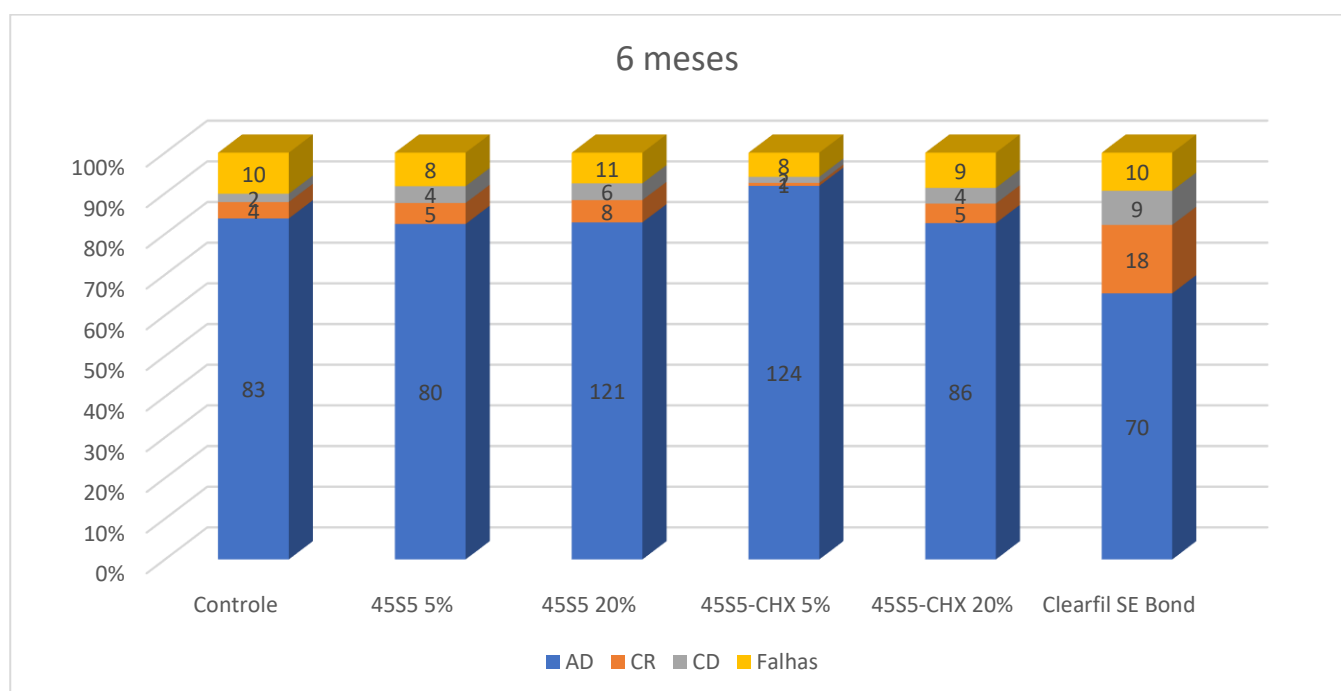
Gráficos A e B. Distribuição percentual do padrão de fratura de acordo com o grupo experimental e tempo analisado.

Gráfico A: Padrão de fratura no tempo de 24 horas de armazenamento



AD: Fratura Adesiva, CR: Coesiva em Resina; CD: Coesiva em dentina.

Gráfico B: Padrão de fratura no tempo de 6 meses de armazenamento



AD: Fratura Adesiva, CR: Coesiva em Resina; CD: Coesiva em dentina.

Tabela 5. Distribuição da nanoinfiltração de acordo com o grupo experimental e tempo analisado.

Adesivos	24 Horas	6 Meses
Controle	2,17 ± 1,0 Aa	2,28 ± 1,2 Aa
45S5 5%	1,82 ± 0,8 Aa	0,84 ± 0,4 Cb
45S5 20%	1,4 ± 0,9 Ab	2,42 ± 1,4 Aa
45S5-CHX 5%	1,83 ± 1,2 Aa	1,10 ± 0,4 Ca
45S5-CHX 20%	1,46 ± 0,6 Aa	1,97 ± 0,8 ABa
Clearfil SE Bond	1,75 ± 0,9 Aa	1,52 ± 1,5 Ba

**Letras maiúsculas mostram diferenças estatísticas entre colunas*

**Letras minúsculas mostra diferença estatística na mesma linha*

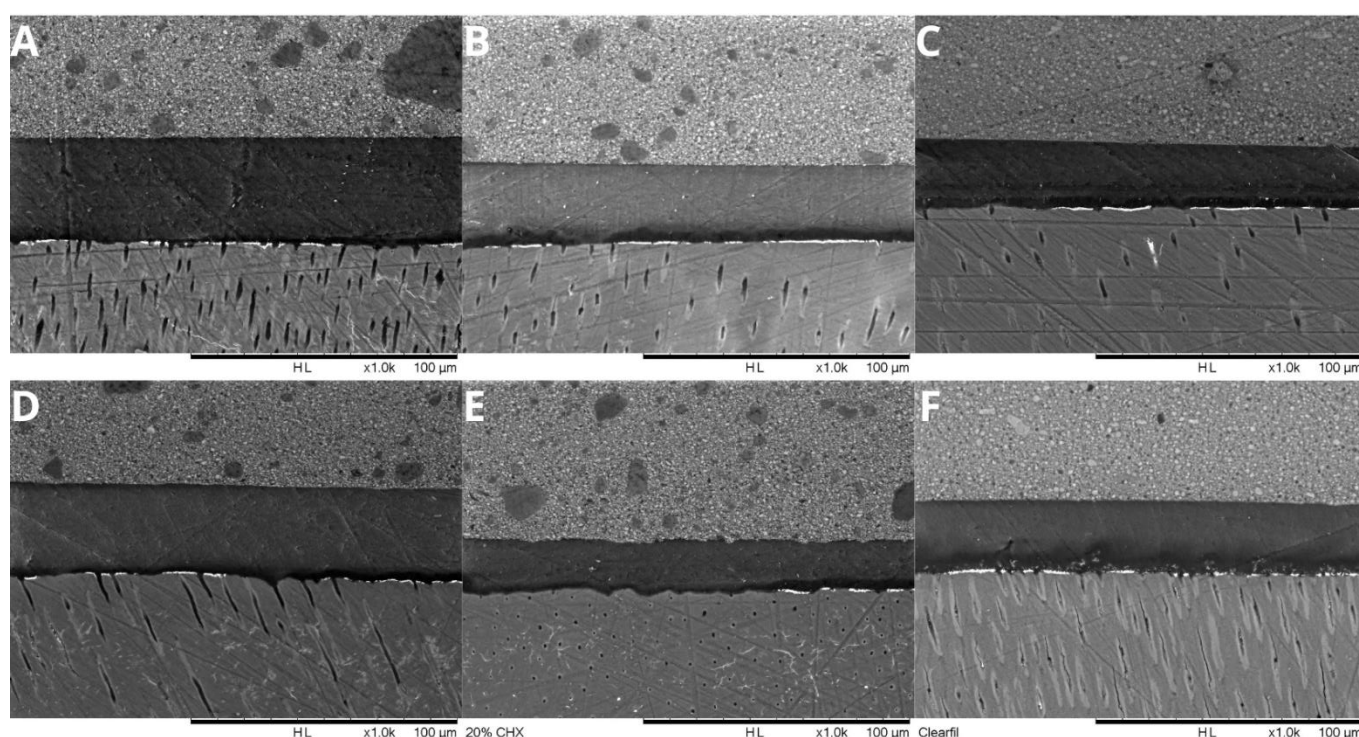


Fig. 1. Imagens representativas de nanoinfiltração da interface de sistemas adesivos após 24 h de armazenamento (ampliação: ×1000, escala: 100 μm). A: Controle; B: 45S5 5%; C: 45S5 20%; D: 45S5-CHX 5%; E: 45S5-CHX 20%; F: Clearfil SE Bond.

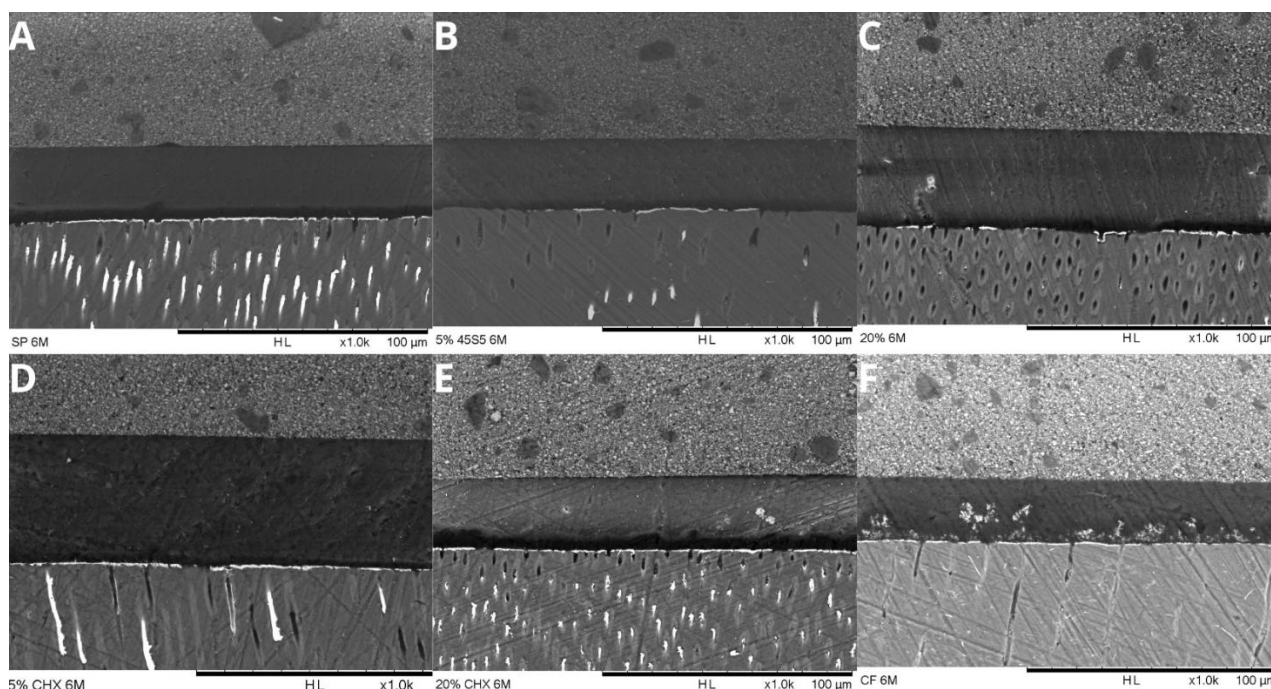


Fig. 2. Imagens representativas de nanoinfiltração da interface de sistemas adesivos após 6 meses de armazenamento (ampliação: $\times 1000$, escala: $100 \mu\text{m}$). A: Controle; B: 45S5 5%; C: 45S5 20%; D: 45S5-CHX 5%; E: 45S5-CHX 20%, F: Clearfil SE Bond.

Os resultados do teste de nanoinfiltração demonstrados na Tabela 4, mostram uma interação estatisticamente significativa entre os fatores adesivo e tempo ($p = 0,016$), indicando que o desempenho dos adesivos foi influenciado pelo tempo de armazenamento. Após 6 meses, o adesivo 45S5 5% apresentou redução nos valores de nanoinfiltração ($p < 0,05$). Enquanto, o adesivo controle experimental, 45S5-CHX 5%, 45S5-CHX 20% e Clearfil SE Bond mantiveram os valores após 6 meses de armazenamento ($p > 0,05$). O adesivo 45S5 20% apresentou valores maiores de nanoinfiltração após 6 meses de armazenamento ($p < 0,05$).

No tempo de 6 meses, observou-se que os adesivos 45S5 5% e 45S5-CHX 5% apresentaram baixos valores de nanoinfiltração comparado aos demais grupos ($p < 0,05$). O controle comercial Clearfil SE Bond apresentou valor intermediário e menores quando comparado aos grupos controle experimental, 45S5 20%, e similar ao grupo 45S5-CHX 20% ($p > 0,05$).

2.4. DISCUSSÃO

O desenvolvimento de sistemas bioativos capazes de modular a formação de biofilmes, reduzir a perda mineral e impedir a degradação colagenolítica por MMPs tem sido apontado como uma estratégia promissora para prolongar a longevidade clínica das

restaurações. Contudo, é essencial que a incorporação de componentes bioativos não comprometa o desempenho mecânico desses materiais [20,21].

Com base nessa abordagem, Brito et al., desenvolveram um sistema adesivo experimental contendo partículas de biovidro 45S5 funcionalizadas com clorexidina (CHX). Os resultados demonstraram que a funcionalização conferiu ao material novas propriedades bioativas sem afetar suas propriedades mecânicas [14]. O presente estudo investigou o impacto direto da adição dessas partículas na resistência de união (μ TBS) e no padrão de nanoinfiltração. A hipótese nula, que propunha que a funcionalização das partículas de biovidro 45S5 com clorexidina não reduziria a resistência adesiva e não afetaria o padrão de nanoinfiltração do sistema adesivo experimental, foi rejeitada.

Os testes de resistência de união à dentina não revelaram diferenças estatisticamente significativas entre os grupos testados. Entretanto, no ensaio de nanoinfiltração, o adesivo experimental contendo 45S5-CHX 20% apresentou diferença estatística em relação ao grupo com 45S5 5%, mas foi estatisticamente semelhante ao Clearfil SE Bond e ao grupo controle experimental.

O desempenho adesivo desses materiais está diretamente relacionado ao processo de degradação da camada híbrida ao longo do tempo [8]. Esse processo envolve a hidrólise dos componentes poliméricos da resina e das fibrilas de colágeno, resultando na plastificação do adesivo e na redução de suas propriedades mecânicas [1,22]. Além disso, as fibrilas de colágeno desprotegidas, presentes na base da interface resina-dentina, são particularmente vulneráveis à degradação enzimática mediada por metaloproteinases da matriz (MMPs) e catepsinas de cisteína (CTs) [5]. Para adesivos baseados na estratégia autocondicionante, a hidrólise das fibras colágenas é menos recorrente devido à desmineralização parcial da dentina. Ainda assim, mesmo sem zonas de exposição de fibras, é possível que a hidrólise proteolítica do colágeno ocorra a partir da resina [22].

Os resultados de μ TBS e do padrão de nanoinfiltração, após seis meses de armazenamento em água, indicam que o período de envelhecimento utilizado pode não ter sido suficiente para gerar um grau elevado de degradação da camada adesiva. Considerando que todos os grupos experimentais eram compostos por adesivos autocondicionantes, especula-se que, nesses seis meses, apenas a degradação hidrolítica associada à matriz polimérica tenha ocorrido. Dessa forma, não foram observadas diferenças estatísticas na redução da μ TBS entre os materiais avaliados. Sabe-se que o

processo de degradação é dependente do tempo, e, quanto maior o período de envelhecimento, maior é a destruição da camada adesiva [1,5].

Diferentes estratégias têm sido desenvolvidas para reduzir os efeitos da degradação na interface dentina-resina. Monômeros alternativos e a inserção de partículas bioativas são exemplos de abordagens empregadas [18,23–25]. No presente estudo, partículas de vidro bioativo foram adicionadas à matriz resinosa. Estudos anteriores sugerem que a liberação de íons Ca^{2+} e PO_4^{3-} ao longo do tempo pode promover a proteção efetiva da rede de fibras de colágeno e reduzir a degradação da interface resina-dentina [18,23]. Especula-se que os íons liberados pelas partículas de vidro bioativo podem se ligar às MMP-2 e MMP-9, formando complexos de alto peso molecular (CaP-MMP) com mobilidade reduzida, o que inibe a atividade enzimática. Adicionalmente, esses íons podem induzir a formação de precipitados minerais à base de fosfato de cálcio, preenchendo as áreas degradadas ou não infiltradas [11,18,26,27]. Assim, embora tenha sido observada redução da resistência de união neste estudo, o período de seis meses pode não ter sido suficiente para que os mecanismos bioativos dos materiais adesivos se manifestassem plenamente.

Por outro lado, os dados de nanoinfiltração indicam que o desempenho dos adesivos foi influenciado pelo tempo de armazenamento. Após 6 meses, o adesivo 45S5 5% apresentou redução dos valores. Segundo Macedo et al., partículas bioativas como o biovidro 45S5, demonstraram a capacidade de reduzir gaps na interface adesiva causados pela inadequada penetração dos monômeros na matriz de colágeno. Esse efeito pode ser explicado pela deposição mineral induzida pela degradação das partículas de vidro bioativo expostas à água [18,27]. No entanto, como demonstrado em nossos resultados, elevadas concentrações de partículas de vidro bioativo podem apresentar efeito nocivo sobre a interface adesiva. Como observado o grupo experimental 45S5 20% mostrou aumento dos valores de nanoinfiltração. Esse comportamento pode estar relacionado ao aumento da heterogeneidade no adesivo, dificultando sua interação com a matriz de colágeno desmineralizado.

A funcionalização com clorexidina não afetou significativamente o desempenho adesivo, mas o período de avaliação de seis meses pode ter sido insuficiente para revelar os benefícios potenciais das propriedades bioativas desses materiais. Esses achados sugerem que ajustes na formulação e avaliações de longo prazo são necessários para otimizar o desenvolvimento de adesivos bioativos que promovem maior durabilidade das restaurações dentárias.

2.5. CONCLUSÃO

Os resultados deste estudo indicaram que a incorporação de partículas de vidro bioativo 45S5 em sistemas adesivos autocondicionantes não comprometeu suas propriedades mecânicas, apresentando desempenho comparável ao adesivo comercial testado. No entanto, concentrações elevadas dessas partículas mostraram efeito adverso na nanoinfiltração, possivelmente devido à heterogeneidade do material.

REFERÊNCIAS

1. da Silva EM, de Sá Rodrigues CUF, de Oliveira Matos MP, de Carvalho TR, dos Santos GB, Amaral CM. Experimental etch-and-rinse adhesive systems containing MMP-inhibitors: Physicochemical characterization and resin-dentin bonding stability. *J Dent*. 2015 Dec;43(12):1491–7.
2. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dental Materials*. 2008 Jan;24(1):90–101.
3. Ding Y, Li Q, Tang W, Pan Y, Nie R, Meng X. Effect of a primer containing Artemisinin on dentin endogenous MMPs and resin bond durability. *Int J Adhes Adhes*. 2023 Apr;123:103340.
4. Rifane TO, Cordeiro KEM, Silvestre FA, Souza MT, Zanotto ED, Araújo-Neto VG, et al. Impact of silanization of different bioactive glasses in simplified adhesives on degree of conversion, dentin bonding and collagen remineralization. *Dental Materials*. 2023 Feb;39(2):217–26.
5. Li F, Majd H, Weir MD, Arola DD, Xu HHK. Inhibition of matrix metalloproteinase activity in human dentin via novel antibacterial monomer. *Dental Materials*. 2015 Mar;31(3):284–92.
6. Maravić T, Comba A, Cunha SR, Angeloni V, Cadenaro M, Visinitini E, et al. Long-term bond strength and endogenous enzymatic activity of a chlorhexidine-containing commercially available adhesive. *J Dent*. 2019 May;84:60–6.
7. Tjäderhane L, Nascimento FD, Breschi L, Mazzoni A, Tersariol ILS, Geraldeli S, et al. Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer—A review. *Dental Materials*. 2013 Oct;29(10):999–1011.
8. Yuan X, Wang Q, Zhao Q, Bai Z, Chen C, Xie H. Inhibition of matrix metalloproteinase-9 by 10-MDP and its calcium salt contributes to improved dentin-bonding durability. *Int J Adhes Adhes*. 2023 Jan;120:103302.
9. Simmer FS, da Silva EM, Bezerra R da SG, Miranda ME da SNG, Noronha Filho JD, Amaral CM. Bond stability of conventional adhesive system with MMP inhibitors to superficial and deep dentin. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019 Dec;100:103402.
10. Yaghmoor RB, Jamal H, Abed H, Allan E, Ashley P, Young A. Incorporation of MMP inhibitors into dental adhesive systems and bond strength of coronal composite restorations: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *Japanese Dental Science Review*. 2022 Nov;58:298–315.

11. Bauer J, Silva e Silva A, Carvalho EM, Ferreira PVC, Carvalho CN, Manso AP, et al. Dentin pretreatment with 45S5 and niobophosphate bioactive glass: Effects on pH, antibacterial, mechanical properties of the interface and microtensile bond strength. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2019 Feb;90:374–80.
12. Osorio R, Yamauti M, Sauro S, Watson TF, Toledano M. Experimental Resin Cements Containing Bioactive Fillers Reduce Matrix Metalloproteinase–mediated Dentin Collagen Degradation. *J Endod.* 2012 Sep 1;38(9):1227–32.
13. Taha AA, Patel MP, Hill RG, Fleming PS. The effect of bioactive glasses on enamel remineralization: A systematic review. *J Dent.* 2017 Dec;67:9–17.
14. Brito ACR, Ferreira PVC, Cardoso SM de NR, Guimarães SJA, Gomes FS, Macedo RFC de, et al. Chlorhexidine-loaded bioactive glass for incorporation into adhesive systems: Mechanical properties, antibacterial activity, cell viability, and hydroxyapatite precipitation. *Int J Adhes Adhes.* 2023 May;124:103384.
15. Gomes FS, Campos-Ferreira PV, Macedo RFC de, Costa-Oliveira BE, Bauer J. Glass ionomer cement particles pre-reacted with chlorhexidine: Physical/chemical properties and antimicrobial activity. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2024 Oct;158:106678.
16. Kiuru O, Sinervo J, Vähänikkilä H, Anttonen V, Tjäderhane L. MMP Inhibitors and Dentin Bonding: Systematic Review and Meta-Analysis. *Int J Dent.* 2021 May 27;2021:1–14.
17. Cai X, Wang X. Chlorhexidine-loaded poly (amido amine) dendrimer and a dental adhesive containing amorphous calcium phosphate nanofillers for enhancing bonding durability. *Dental Materials.* 2022 May;38(5):824–34.
18. Carvalho EM, Ferreira PVC, Gutiérrez MF, Sampaio RF, Carvalho CN, Menezes AS de, et al. Development and characterization of self-etching adhesives doped with 45S5 and niobophosphate bioactive glasses: Physicochemical, mechanical, bioactivity and interface properties. *Dental Materials.* 2021 Jun;37(6):1030–45.
19. de Brito GMAP, Silva DO, Macedo RFC, Ferreira MWC, Bauer J, Pedroso F de B, et al. Does the Application of Additional Hydrophobic Resin to Universal Adhesives Increase Bonding Longevity of Eroded Dentin? *Polymers (Basel).* 2022 Jun 30;14(13):2701.
20. Ferracane JL, Bertassoni LE. Interface between Materials and Oral Biology. *J Dent Res.* 2021 Sep 20;100(10):1009–10.

21. Ferracane JL, Sidhu SK, Melo MAS, Yeo ISL, Diogenes A, Darvell BW. Bioactive dental materials. *JADA Foundational Science*. 2023;2:100022.
22. Breschi L, Maravic T, Mazzitelli C, Josic U, Mancuso E, Cadenaro M, et al. The evolution of adhesive dentistry: From etch-and-rinse to universal bonding systems. *Dental Materials*. 2025 Feb;41(2):141–58.
23. Sauro S, Osorio R, Osorio E, Watson TF, Toledano M. Novel light-curable materials containing experimental bioactive micro-fillers remineralise mineral-depleted bonded-dentine interfaces. *J Biomater Sci Polym Ed*. 2013 Jun;24(8):940–56.
24. Profeta AC, Mannocci F, Foxton RM, Thompson I, Watson TF, Sauro S. Bioactive effects of a calcium/sodium phosphosilicate on the resin–dentine interface: a microtensile bond strength, scanning electron microscopy, and confocal microscopy study. *Eur J Oral Sci*. 2012 Aug 3;120(4):353–62.
25. Giacomini MC, Scaffa PMC, Gonçalves RS, Zabeu GS, Vidal C de MP, Carrilho MR de O, et al. Profile of a 10-MDP-based universal adhesive system associated with chlorhexidine: Dentin bond strength and in situ zymography performance. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020 Oct;110:103925.
26. Souza AMM, Ferreira PVC, Gomes FS, Nery LMS, Carvalho CN, Bauer J, et al. Can bioactive glasses compensate for polymer degradation in adhesive systems and reduce dentin permeability over time? *Int J Adhes Adhes*. 2025 Mar;138:103926.
27. Cavaleiro-de-Macedo RF, Andrade da Silva J, Siqueira FSF, Campos-Ferreira PV, Milan Cardenas AF, Carvalho EM, et al. Microtensile bond strength and nanoleakage of self-etching adhesives containing different concentrations of 45S5 bioactive glass in caries-affected dentin. *Int J Adhes Adhes*. 2024 Jun;132:103737.

REFERÊNCIAS

BAUER, J.; SILVA E SILVA, A.; CARVALHO, E. M.; FERREIRA, P. V. C.; CARVALHO, C. N.; MANSO, A. P.; CARVALHO, R. M. Dentin pretreatment with 45S5 and niobophosphate bioactive glass: Effects on pH, antibacterial, mechanical properties of the interface and microtensile bond strength. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 90, p. 374–380, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.10.029>

BEDRAN-RUSSO, A.; LEME-KRAUS, A. A.; VIDAL, C. M. P.; TEIXEIRA, E. C. An Overview of Dental Adhesive Systems and the Dynamic Tooth–Adhesive Interface. *Dental Clinics of North America*, v. 61, n. 4, p. 713–731, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cden.2017.06.001>

BRESCHI, L.; MARAVIC, T.; MAZZITELLI, C.; JOSIC, U.; MANCUSO, E.; CADENARO, M.; PFEIFER, C. S.; MAZZONI, A. The evolution of adhesive dentistry: From etch-and-rinse to universal bonding systems. *Dental Materials*, v. 41, n. 2, p. 141–158, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2024.11.011>

BRESCHI, L.; MAZZONI, A.; RUGGERI, A.; CADENARO, M.; DI LENARDA, R.; DE STEFANO DORIGO, E. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dental Materials*, v. 24, n. 1, p. 90–101, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.02.009>

BRITO, A. C. R.; FERREIRA, P. V. C.; CARDOSO, S. M. de N. R.; GUIMARÃES, S. J. A.; GOMES, F. S.; MACEDO, R. F. C. de; COSTA OLIVEIRA, B. E.; OLIVEIRA, T. J. L. de; SANTOS, A. P. S. de A. dos; BAUER, J. Chlorhexidine-loaded bioactive glass for incorporation into adhesive systems: Mechanical properties, antibacterial activity, cell viability, and hydroxyapatite precipitation. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, v. 124, p. 103384, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2023.103384>

CAVALEIRO-DE-MACEDO, R. F.; ANDRADE DA SILVA, J.; SIQUEIRA, F. S. F.; CAMPOS-FERREIRA, P. V.; MILAN CARDENAS, A. F.; CARVALHO, E. M.; ARDENGHI, D. M.; BAUER, J. Microtensile bond strength and nanoleakage of self-etching adhesives containing different concentrations of 45S5 bioactive glass in caries-affected dentin. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, v. 132, p. 103737, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2024.103737>

DING, Y.; LI, Q.; TANG, W.; PAN, Y.; NIE, R.; MENG, X. Effect of a primer containing Artemisinin on dentin endogenous MMPs and resin bond durability. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, v. 123, p. 103340, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2023.103340>

FRONZA, B. M.; BRAGA, R. R.; CADENARO, M. Dental Adhesives—Surface Modifications of Dentin Structure for Stable Bonding. *Dental Clinics of North America*, v. 66, n. 4, p. 503–515, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cden.2022.05.002>

GIACOMINI, M. C.; SCAFFA, P. M. C.; GONÇALVES, R. S.; ZABEU, G. S.; VIDAL, C. de M. P.; CARRILHO, M. R. de O.; HONÓRIO, H. M.; WANG, L. Profile of a 10-MDP-based universal adhesive system associated with chlorhexidine: Dentin bond strength and in situ zymography performance. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 110, p. 103925, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.103925>

KIJSAMANMITH, K.; SRISATAYASATIEN, P.; THANINDRATARN, N.; VICHAINARONG, C.; PANYASUKUM, J. The effect of 2% chlorhexidine iontophoresis on dentin sealing ability of etch-and-rinse adhesive: An in vitro study. *Journal of Dental Sciences*, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jds.2023.09.004>

MANCUSO, E.; DURSO, D.; MAZZITELLI, C.; MARAVIC, T.; JOSIC, U.; D'ALESSANDRO, C.; GENERALI, L.; CHECCHI, V.; BRESCHI, L.; MAZZONI, A. Glutaraldehyde-based desensitizers' influence on bonding performances and dentin enzymatic activity of universal adhesives. *Journal of Dentistry*, v. 136, p. 104643, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2023.104643>

MARAVIĆ, T.; COMBA, A.; CUNHA, S. R.; ANGELONI, V.; CADENARO, M.; VISINITINI, E.; NAVARRA, C. O.; SALGARELLO, S.; BRESCHI, L.; MAZZONI, A. Long-term bond strength and endogenous enzymatic activity of a chlorhexidine-containing commercially available adhesive. *Journal of Dentistry*, v. 84, p. 60–66, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2019.03.004>

NG, T. Y. K.; LEE, A. H. C.; CHANG, J. W. W.; LEUNG, W. S. F.; CEN, R.; CHEUNG, G. S. P.; ZHANG, C. Effect of MMP Inhibitors on the Bond Strength of Fibre Posts After Ageing. *International Dental Journal*, v. 73, n. 6, p. 834–839, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.identj.2023.04.008>

RODRIGUES, S.; OLIVEIRA, N.; CHASQUEIRA, F.; PORTUGAL, J.; ARANTES-OLIVEIRA, S. Permeabilidade dentinária e morfologia da interface adesiva de diferentes sistemas adesivos. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*, v. 56, n. 1, p. 42–50, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.rpemd.2015.01.001>

SPENCER, P. *et al.* Adhesive/Dentin Interface: The Weak Link in the Composite Restoration. *Annals of Biomedical Engineering*, v. 38, n. 6, p. 1989–2003, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10439-010-9969-6>

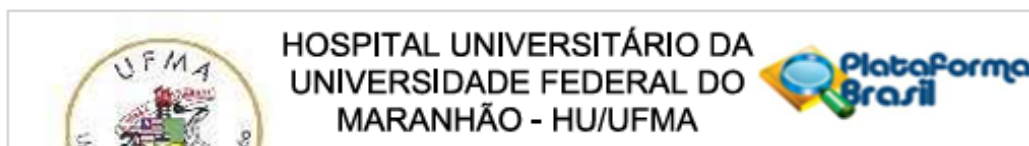
TSUJIMOTO, A.; BARKMEIER, W. W.; TEIXEIRA, E. C.; TAKAMIZAWA, T.; MIYAZAKI, M.; LATTA, M. A. Fatigue bond strength of dental adhesive systems: Historical background of test methodology, clinical considerations and future perspectives. *Japanese Dental Science Review*, v. 58, p. 193–207, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2022.05.001>

VAN MEERBEEK, B.; DE MUNCK, J.; YOSHIDA, Y.; INOUE, S.; VARGAS, M.; VIJAY, P.; VAN LANDUYT, K.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Buonocore memorial lecture.

Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative dentistry*, v. 28, n. 3, p. 215–35, 2003.

YAGHMOOR, R. B.; JAMAL, H.; ABED, H.; ALLAN, E.; ASHLEY, P.; YOUNG, A. Incorporation of MMP inhibitors into dental adhesive systems and bond strength of coronal composite restorations: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *Japanese Dental Science Review*, v. 58, p. 298–315, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2022.09.004>

Anexo A: parecer do comitê de ética em pesquisa



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Sistemas adesivos autocondicionantes contendo partículas de vidro 45S5 carregadas com clorexidina: Atividade enzimática, resistência de união e nanoinfiltração

Pesquisador: FELIPE CATARINO DE ASSIS

Área Temática:

Versão: 3

CAAE: 76254023.4.0000.5086

Instituição Proponente: Centro de Ciências Biológicas e da Saúde (CCBS)

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 6.663.701

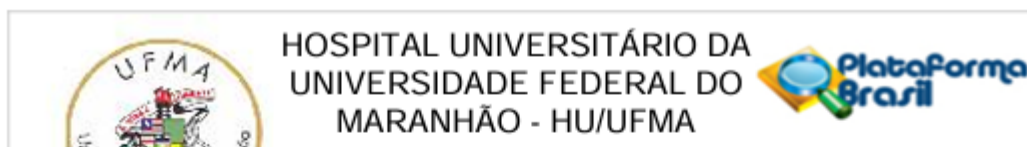
Apresentação do Projeto:

As informações elencadas nos campos "Apresentação do Projeto", "Objetivo da Pesquisa" e "Avaliação dos Riscos e Benefícios" foram retiradas do arquivo Informações Básicas da Pesquisa: Data de Submissão do Projeto: 28/01/2024 Nome do Arquivo: PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_2223199.pdf Versão do Projeto: 3

RESUMO

Um fator importante na degradação da camada híbrida é a atividade de enzimas chamadas metaloproteinases de matriz (MMPs) e catepsinas de cisteína, que podem ser ativadas em ambientes ácidos criados pelos sistemas adesivos. Essas enzimas degradam as fibrilas de colágeno, enfraquecendo a adesão. A clorexidina é um inibidor de MMPs comumente estudado que pode proteger a camada híbrida e melhorar a durabilidade da união adesiva. Além disso, o artigo explora a possibilidade de utilizar materiais bioativos, como o biovidro 45S5, em sistemas adesivos. Esses materiais têm a capacidade de liberar íons cálcio e fósforo, promovendo a remineralização dos tecidos dentais. A funcionalização desses materiais com clorexidina também é investigada como uma estratégia promissora para proteger a camada híbrida. O estudo apresenta objetivos gerais e específicos relacionados ao desenvolvimento e caracterização de um sistema adesivo experimental contendo biovidro 45S5 funcionalizado com clorexidina, bem como a

Endereço: Rua Barão de Itapary nº 227 4º andar
Bairro: CENTRO **CEP:** 65.020-070
UF: MA **Município:** SAO LUIS
Telefone: (98)2109-1250 **Fax:** (98)2109-1002 **E-mail:** cep@huufma.br



Continuação do Parecer: 6.663.701

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_2223199.pdf	28/01/2024 10:35:59		Aceito
Folha de Rosto	folhaDeRostoassinada.pdf	28/01/2024 10:33:45	FELIPE CATARINO DE ASSIS	Aceito
Outros	CARTARESPOSTA.pdf	12/01/2024 15:25:47	FELIPE CATARINO DE ASSIS	Aceito
Outros	TERMO_DE_DOACAO_BANCO_DE_DENTES.pdf	29/11/2023 11:47:32	FELIPE CATARINO DE ASSIS	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	FelipeProjeto.docx	29/11/2023 11:45:28	FELIPE CATARINO DE ASSIS	Aceito
Declaração de Manuseio Material Biológico / Biorepositório / Biobanco	DECLARACAO_MANUSEIO_MATERIA_L_BIOLOGICO.pdf	29/11/2023 11:44:57	FELIPE CATARINO DE ASSIS	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	CartadeAnuencia.pdf	29/11/2023 11:44:29	FELIPE CATARINO DE ASSIS	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	SOLICITACAO_DISPENSA_231129_100618.pdf	29/11/2023 11:41:11	FELIPE CATARINO DE ASSIS	Aceito
Orçamento	Orcamento.docx	29/11/2023 11:40:44	FELIPE CATARINO DE ASSIS	Aceito
Cronograma	Cronograma.docx	29/11/2023 11:39:29	FELIPE CATARINO DE ASSIS	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

SAO LUIS, 22 de Fevereiro de 2024

Assinado por:
Camiliane Azevedo Ferreira
(Coordenador(a))

Endereço: Rua Barão de Itapary nº 227 4º andar
Bairro: CENTRO CEP: 65.020-070
UF: MA Município: SAO LUIS
Telefone: (98)2109-1250 Fax: (98)2109-1002 E-mail: cep@huufma.br

Anexo B: normas da revista

Dental Materials
Submit your article [↗](#)

Articles & Issues [▼](#)
About [▼](#)
Publish [▼](#)
Order journal [↗](#)
[🔍](#) Search in this journal
Guide for authors

- [Suggesting reviewers](#)

Preparation

- [Peer review](#)
- [Double anonymized review](#)
- [Use of word processing software](#)
- [Article structure](#)
- [Sections](#)
- [Introduction](#)
- [Materials and methods](#)
- [Results](#)
- [Discussion](#)
- [Conclusion \(if included\)](#)
- [Appendices](#)
- [Essential title page information](#)
- [Highlights](#)
- [Abstract \(structured format\)](#)
- [Graphical abstract](#)
- [Keywords](#)
- [Abbreviations](#)

Article structure

This section describes the article structure for this journal.

Sections

Divide your article into clearly defined and numbered sections. Subsections should be numbered 1.1 (then 1.1.1, 1.1.2, ...), 1.2, etc. (the abstract is not included in section numbering). Use this numbering also for internal cross-referencing: do not just refer to 'the text'. Any subsection may be given a brief heading. Each heading should appear on its own separate line.

Introduction

This must be presented in a structured format, covering the following subjects, although actual subheadings should not be included:

- succinct statements of the issue in question;
- the essence of existing knowledge and understanding pertinent to the issue (reference);
- the aims and objectives of the research being reported relating the research to dentistry, where not obvious.

Materials and methods

- describe the procedures and analytical techniques.
- only cite references to published methods.
- include at least general composition details and batch numbers for all materials.
- identify names and sources of all commercial products e.g.

"The composite (Silar, 3M Co., St. Paul, MN, USA)..."

"... an Au-Pd alloy (Estheticor Opal, Cendres et Metaux, Switzerland)."

- Suggesting reviewers

Preparation

- Peer review
- Double anonymized review
- Use of word processing software
- Article structure
- Sections
- Introduction
- Materials and methods
- Results
- Discussion
- Conclusion (if included)
- Appendices
- Essential title page information
- Highlights
- Abstract (structured format)
- Graphical abstract
- Keywords
- Abbreviations

Reference style

Text: Indicate references by number(s) in square brackets in line with the text. The actual authors can be referred to, but the reference number(s) must always be given.

List: Number the references (numbers in square brackets) in the list in the order in which they appear in the text.

Examples:

Reference to a journal publication:

[1] Van der Geer J, Hanraads JA, Lupton RA. The art of writing a scientific article. *J Sci Commun* 2010;163:51-9. <https://doi.org/10.1016/j.Sc.2010.00372>.

Reference to a journal publication with an article number:

[2] Van der Geer J, Hanraads JA, Lupton RA. The art of writing a scientific article. *Heliyon*. 2018;19:e00205. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2018.e00205>

Reference to a book:

[3] Strunk Jr W, White EB. *The elements of style*. 4th ed. New York: Longman; 2000.

Reference to a chapter in an edited book:

[4] Mettam GR, Adams LB. How to prepare an electronic version of your article. In: Jones BS, Smith RZ, editors. *Introduction to the electronic age*, New York: E-Publishing Inc; 2009, p. 281-304.

Reference to a website:

[5] Cancer Research UK. Cancer statistics reports for the UK, <http://www.cancerresearchuk.org/aboutcancer/statistics/cancerstatsreport/>; 2003 [accessed 13 March 2003].