JNT - FACIT BUSINESS AND TECHNOLOGY JOURNAL - ISSN: 2526-4281 - QUALIS B1
ANO 2025 – MÊS DE JULHO - FLUXO CONTÍNUO – Ed. 64. Vol. 1. Págs. 48-65
DOI: 10.5281/zenodo.15826113

PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS DE UM ADESIVO UNIVERSAL INCORPORADO COM EXTRATO RICO EM POLIFENÓIS

PHYSICOMECHANICAL PROPERTIES OF A UNIVERSAL ADHESIVE INCORPORATED WITH A POLYPHENOL-RICH EXTRACT

Levi Maia GONÇALVES
Universidade Federal do Ceará (UFC)
E-mail: levimaiag@gmail.com
ORCID: http://orcid.org/0000-0003-0211-7125

Susana Joice Mendes MAIA
Universidade Federal do Ceará (UFC)
E-mail: susanajoicem@gmail.com
ORCID: http://orcid.org/0009-0008-5610-936X

Karlos Eduardo Rodrigues LIMA
Universidade Federal do Ceará (UFC)
E-mail: karlosed99@gmail.com
ORCID: http://orcid.org/0000-0003-3127-9772

Julianne Coelho da Silva CETIRA
Universidade Federal do Ceará (UFC)
E-mail: juliannecoelhos@gmail.com
ORCID: http://orcid.org/0000-0002-7004-4848

Emmanuel Arraes de ALENCAR JÚNIOR
Universidade Federal do Ceará (UFC)
E-mail: arraesalencar2@gmail.com
ORCID: http://orcid.org/0009-0005-7219-0186

Vicente de Paulo Aragão SABOIA
Universidade Federal do Ceará (UFC)
E-mail: vpsaboia@yahoo.com
ORCID: http://orcid.org/0000-0002-1143-6390

RESUMO

O presente estudo avaliou a influência da incorporação do extrato hidroalcoólico da Spondias mombin (SM), nas propriedades físico-mecânicas de um sistema adesivo universal. Após liofilizado, o pó foi incorporado ao adesivo Single Bond Universal (3M) e comparado ao mesmo adesivo incorporado com proantocianidina (PAC), ambos na concentração de 6,5%, e a um grupo sem incorporação. O grau de conversão (n=1) foi

obtido por espectroscopia Raman e a resistência flexural (n=6) a partir do teste de flexão de três pontos realizado em uma máquina de teste universal. Por fim, a sorção de água e solubilidade (n=6) foram calculadas a partir de ciclos de dessecação antes e após a imersão em meio aquoso, com aferição de massas em uma balança analítica. Os dados foram analisados por meio do teste de Shapiro-Wilk, seguido por ANOVA e pós-teste de Tukey, com $p<0,05$. O grupo incorporado com SM apresentou resistência flexural inferior ao incorporado com PAC, no entanto estes não apresentaram diferenças estatisticamente significativas em relação ao grupo controle. No grau de conversão, observou-se redução significativa para os grupos experimentais em relação ao controle, sendo o grupo SM o mais afetado. O grupo SM demonstrou maior sorção de água quando comparado ao grupo PAC e controle, os quais foram estatisticamente semelhantes ($p<0,05$). Na análise de solubilidade, os grupos PAC e SM não apresentaram diferença estatística significante mas mostraram maior solubilidade que o grupo controle. Observou-se que o adesivo incorporado com SM apresentou perdas significativas nas propriedades físico-mecânicas do material.

Palavras-chave: Dentina. Adesivos dentinários. Produtos naturais.

ABSTRACT

The present study evaluated the influence of incorporating the hydroalcoholic extract of *Spondias mombin* (SM) on the physico-mechanical properties of a universal adhesive system. After lyophilization, the powder was incorporated into the Single Bond Universal adhesive (3M) and compared to the same adhesive incorporated with proanthocyanidin (PAC), both at a concentration of 6.5%, and to a group without incorporation. The degree of conversion (n=1) was obtained by Raman spectroscopy, and flexural strength (n=6) was measured using a three-point bending test performed on a universal testing machine. Finally, water sorption and solubility (n=6) were calculated based on desiccation cycles before and after immersion in an aqueous medium, with mass measurements taken using an analytical balance. Data were analyzed using the Shapiro-Wilk test, followed by ANOVA and Tukey's post-hoc test, with $p<0.05$. The SM-incorporated group showed lower flexural strength compared to the PAC group; however, no statistically significant differences were found between

these and the control group. A significant reduction in the degree of conversion was observed in the experimental groups compared to the control, with the SM group being the most affected. The SM group exhibited higher water sorption compared to the PAC and control groups, which were statistically similar ($p<0.05$). In the solubility analysis, the PAC and SM groups showed no statistically significant differences from each other, but demonstrated higher solubility than the control group. It was observed that the adhesive incorporated with SM exhibited significant losses in the physico-mechanical properties of the material.

Keywords: Dentin. Dentin-bonding agents. Biological products.

INTRODUÇÃO

Os sistemas adesivos são materiais considerados revolucionários para a Odontologia, tendo em vista serem capazes de garantir uma união micromecânica e/ou química entre a resina composta e a estrutura dental de modo relativamente estável e duradouro. Contudo, apesar dos inúmeros avanços no desenvolvimento dos sistemas adesivos, a degradação da interface de união resina-dentina ao longo do tempo continua sendo um desafio para a Dentística Restauradora contemporânea, que culmina tanto na contínua necessidade de substituição de restaurações, como no aumento dos custos globais em saúde bucal (Demarco *et al*, 2015. Frassetto *et al*, 2016).

Essa degradação ocorre, principalmente, através da hidrólise do adesivo em sua forma polimérica e do colágeno da camada híbrida, bem como por meio do desprendimento das partículas de carga (Feitosa *et al*, 2014; Frassetto *et al*, 2016; Spencer; Wang, 2002). Além disso, o colágeno desprotegido pode sofrer um processo de degradação ocasionado por enzimas metaloproteinases da matriz (MMPs) e cisteína-catepsinas (CTPs), acelerando o processo de degradação da interface adesiva e diminuindo o tempo de vida útil das restaurações (Tjäderhane *et al*, 2013).

Por esse motivo, estudos buscam estratégias com o objetivo de promover uma interface adesiva estável e duradoura (Pavan *et al*, 2011. Sabatini; Pashley, 2014. Pashley *et al*, 2011; Bedran-Russo *et al*., 2014). Dentre elas pode-se destacar o uso de agentes inibidores de MMPs e CTPs, agentes de ligação cruzadas (ALC) de colágeno e a remineralização biomimética (Bedran-Russo *et al*, 2014).

A biomodificação dentinária através dos ALCs é uma estratégia para melhorar as propriedades biomecânicas e reduzir a biodegradação deste tecido (Bedran-Russo *et al*, 2014). As interações entre os ALCs e os componentes da matriz dentinária são a base para a bioestabilidade do tecido e o uso destes tem apresentado resultados iniciais promissores (Bedran-Russo e*t al*, 2014; Singh *et al*, 2016).

Diversos materiais têm sido estudados em relação ao seu potencial biomodificador, podendo serem classificados quanto a sua origem em sintéticos ou naturais. Os agentes naturais vêm sendo amplamente investigados, por apresentarem baixa toxicidade quando comparados aos sintéticos, por serem biodisponíveis e por virem de fontes renováveis (Al-Ammar *et al*, 2009; Pavan *et al*, 2011; Xie *et al*, 2008). Nesse cenário, os extratos de plantas com expressivo conteúdo de polifenóis, que são moléculas com cadeias carbônicas e grupamentos terminais hidroxilas ligados a um de seus anéis benzênicos, constituem um dos maiores e mais estudados grupos de compostos naturais bioativos, tendo em vista seu potencial biomodificador (Aguiar *et al*, 2014. Kennedy; Wightman, 2011). Dentre eles destacam-se a proantocianidina (PAC), derivada do extrato da semente de uva, que *in vitro* reduziu a degradação enzimática do colágeno, além de melhorar suas propriedades mecânicas (Cai; Palamara; Burrow, 2018. Bedran-Russo *et al*, 2014). Entretanto, a pigmentação dos tecidos dentais e a perda da estabilidade das ligações cruzadas com o passar do tempo têm se mostrado limitadores do uso desse agente natural (Liu *et al*, 2011). Além disso, o estudo de Souza *et al* (2020) demonstrou ausência de diferença significativa nos parâmetros clínicos de restaurações adesivas utilizando a PAC incorporada ao sistema adesivo.

Dessa forma, buscam-se novos agentes naturais com alto potencial biomodificador e vantagens frente aos já estudados. Estudos prévios têm mostrado alto conteúdo de polifenóis em plantas nativas do Nordeste do Brasil como a *Spondias mombin* (cajá) (Brito *et al* 2022; Cabral *et al*, 2016). Partes da *Spondias mombin* (casca, fruta, folhas e sementes) são utilizadas pela medicina popular nordestina com ação expectorante, anti-inflamatória, cicatrizante e antidiarreica (Akubue *et al*, 1983; Villegas *et al*, 1997). A literatura relata que grande parte dessas propriedades farmacológicas são em decorrência do alto teor de componentes fenólicos presentes nos extratos dessas espécies (Dias *et al*, 2013; Ferreira *et al*, 2016).

Por possuírem alto conteúdo de compostos polifenóicos, o extrato dessa planta pode ser capaz de estabelecer ligação cruzada a vários tecidos conjuntivos, inclusive ao colágeno dentinário, modificando as estruturas das fibrilas colágenas, dando-lhes mais estabilidade e melhorando sua resistência à degradação (Venigalla *et al*, 2016; Liu *et al*, 2009; Moreira *et al*, 2017; Sung *et al*, 2003), o que resulta no aumento da longevidade da interface de união dentina/resina composta (Bedran-Russo et al., 2009; Bedran-Russo *et al*, 2010).

Portanto, este estudo teve como objetivo avaliar as propriedades físicas e mecânicas de um adesivo universal disponível comercialmente incorporado com o extrato liofilizado de SM na concentração de 6,5%. A hipótese testada foi que a adição do extrato de *Spondias mombin* ao adesivo universal promove a manutenção das propriedades físicas e mecânicas semelhantes ao adesivo comercial.

METODOLOGIA

Delineamento do Estudo

Trata-se de um estudo laboratorial *in vitro* no qual se avaliou a Proantocianidina 6,5% (PAC - 95% PACs, *Vitis vinifera*, (Mega-Natural Gold, Polyphenolics, Madera, EUA) e *Spondias mombin* 6,5%, incorporados em um sistema adesivo universal comercial (Single Bond Universal ® 3M, Sumaré, São Paulo, Brasil), tendo como grupo controle o adesivo não incorporado. Para avaliar os efeitos dos agentes biomodificadores nas propriedades físicas e mecânicas do adesivo, foram analisados quantitativamente a sorção e solubilidade, o grau de conversão e a resistência flexural do material.

Material Vegetal

As folhas de *Spondias mombin* foram coletadas no horto de plantas medicinais localizado na Av. do Contorno, s/n. Campus do Pici – Fortaleza (3 ° 44'45.9 "S 38 ° 34'39.1" W), no município de Fortaleza, Ceará. A exsicata da espécie (n° 58169) encontra-se depositada no Herbário Prisco Bezerra, Departamento de Biologia, Universidade Federal do Ceará.

Preparação do Extrato Seco

O material vegetal passou por um processo de secagem em estufa com circulação de ar, pulverizado em moinho de facas e tamisado. O pó foi dissolvido em metanol e água (50:50) e esta solução foi concentrada em rotaevaporador e liofilizada obtendo-se o extratoseco.

Preparo dos Sistemas Adesivos

A concentração de 6,5% massa/volume (m/v) para o extrato da folha da cajazeira foi escolhida com base em um estudo prévio realizado com diversas plantas da caatinga, revelando que a concentração do extrato nessa concentração apresentava isoladamente maior efeito biomodificador sobre a dentina humana (Cetira, 2016). Essa concentração também permite comparação com a PAC, que demonstrou resultados positivos na literatura na concentração de 6,5% (Enrich-Essvein *et al,* 2024. Hass *et al*, 2016. Castellan *et al*, 2013. Macedo, Yamauchi, Bedran-Russo, 2009).

O grupo controle foi testado utilizando o sistema adesivo sem a adição de agentes de ligação cruzada. Para se obter uma mistura homogênea, os adesivos incorporados foram agitados usando um agitador de tubos (QL-901; Biomixer, São Paulo, SP, Brasil) na ausência de luz por 10 minutos. A homogeneidade deles foi cuidadosamente verificada visualmente, sendo usados apenas quando a presença de cristais não foi notada.

Sorção de Água e Solubilidade

Foram confeccionados espécimes de adesivo (n=6) em formato de disco para a avaliação da sorção de água através da inserção dos materiais, de acordo com os grupos descritos no item 2.4, em moldes pré-fabricados de silicona (5 mm de diâmetro e 1mm de espessura). Cada espécime foi individualmente fotopolimerizado por 40 s em cada face, com o fotopolimerizador Grand Valo (Ultradent; Salt Lake City, EUA). Os espécimes foram removidos do molde e avaliados em lupa estereoscópica, sendo descartados os que apresentaram defeitos, e então armazenados por 24 horas em umidade relativa à 37ºC para completa polimerização após a fotoativação.

Os espécimes foram medidos com precisão de 0,001mm com paquímetro digital (Absolute Digimatic; Mitutoyo, Tokyo, Japan) para o cálculo do volume e desidratados em dessecadora a vácuo com sílica gel. Eles foram pesados em intervalos de 24 horas em balança analítica (Shimadzu; kyoto, Japão) até que o peso se estabilizasse, não se alterando mais de 0,2 mg no período de 24 horas. Essa massa inicial (M1) foi anotada e os espécimes ficaram individualmente imersos em 10 mL de água destilada a 37ºC por 7 dias, sendo submetidos à sorção de água. Os espécimes foram então suavemente secados em papel absorvente e a massa após a imersão (M2) foi imediatamente aferida em balança analítica. Subsequentemente, os espécimes retornaram à dessecadora a vácuo e foram pesados novamente a cada 24 horas até a obtenção de uma massa estável (M3). Como descrito previamente (Ito *et al*., 2010), o cálculo da sorção de água (Sa) foi obtido através da fórmula:

$$Sa = \frac{M2 - M3}{V}$$

Já para o cálculo da solubilidade foi empregada a fórmula:

$$Sl = \frac{M1 - M3}{V}$$

Grau de Conversão

Para a avaliação do grau de conversão de monômeros em polímeros, uma gota de adesivo de cada grupo (n=1) foi vertido numa lâmina histológica e posicionada em um espectrofotômetro Raman (Xplora; Horiba, Paris, França) com comprimento de onda de 532 nm e potência de 3,2 mW utilizando lentes de 10X e 100X de aumento. O espectro Raman foi obtido na faixa de 1580 cm-1 a 1800 cm-1, com filtro de 25%, com 5 segundos por aquisição e 40 acumulações por região. Os espectros foram avaliados antes e após a fotoativação com o aparelho Grand Valo (Ultradent; Salt Lake City, EUA). O percentual de ligações dupla carbono-carbono (%C=C) que não reagiu foi determinado pela razão da intensidade de absorbância de cadeias alifáticas C=C (pico de 1637 cm-1) com um padrão interno (carbono aromático - pico de ligação do carbono a 1608 cm-1) antes e após a fotoativação. O grau de conversão foi então determinado através da subtração do percentual de ligações duplas de carbono de 100%, e a análise foi realizada em triplicata.

Resistência Flexural

Foram confeccionados espécimes de adesivo (n=6), de acordo com os grupos descritos previamente, em formato de barra através da inserção dos materiais em moldes pré-fabricados de teflon (7 mm de comprimento x 1 mm de largura x 1 mm de altura). Previamente à polimerização, os materiais foram secados com um leve jato de ar por 10 segundos, sendo colocadas uma tira de poliéster e uma lâmina de vidro no topo do molde. Cada espécime foi, então, individualmente fotopolimerizado por 40 s, conforme indicações do fabricante, com o aparelho Grand Valo (Ultradent; Salt Lake City, EUA) em três diferentes posições (direita, centro e esquerda). Os espécimes foram cuidadosamente removidos do molde e a superfície inferior foi fotoativada por mais 40 segundos. Em seguida, foram armazenados por 24 horas em água destilada a 37ºC para completa polimerização após a fotoativação.

Os espécimes foram medidos com paquímetro digital (Absolute Digimatic; Mitutoyo, Tokyo, Japan) e submetidos ao teste de flexão de três pontos utilizando uma máquina de teste universal (Instron 3345; Instron Corp., Canton, MA, EUA) a uma velocidade de 1,0 mm/min e uma célula de carga de 50 N/min. A resistência Flexural foi posteriormente calculada e transformada em Mpa de acordo com a fórmula:

$$\sigma = \frac{3Fl}{2wb^2}$$

Em que: F refere-se à força máxima (N), l à distância do suporte (fixa em 20 mm), w à largura do espécime e b a espessura do espécime.

Análise Estatística

Após a coleta, os dados passaram por uma análise estatística descritiva, por meio do *software* Jamovi®, sendo submetidos ao teste de normalidade de Shapiro-Wilk, revelando que os dados apresentavam natureza paramétrica (p>0,05). Em seguida, foi realizada análise de variância (ANOVA) seguido do pós-teste de Tukey, com o intuito de comparar os grupos estudados e averiguar se as diferenças entre eles eram estatisticamente significativas, utilizando-se um índice de significância de 5%.

RESULTADOS

Resistência Flexural

A avaliação da resistência flexural revelou que os grupos PAC e SM não apresentaram diferenças estatisticamente significativas em relação ao grupo controle ($p>0,05$). No entanto, ao comparar os dois grupos experimentais, foi observada uma diferença estatística significativa entre PAC e SM ($p<0,05$). A tabela abaixo apresenta a média e o desvio padrão dos valores de resistência flexural obtidos na análise imediata (24h), expressos em MPa:

Tabela 1: Média ± desvio padrão dos valores de resistência flexural em análise imediata (24h) expressos em MPa.

Grupo	MPa
Controle	61,4 ± 18,0 AB
PAC 6,5%	87,2 ± 29,2 B
SM 6,5%	52,0 ± 9,33 A

*Letras maiúsculas diferentes representam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos, enquanto letras semelhantes representam semelhanças estatísticas entre os grupos ($p<0,05$).

Grau de Conversão

A análise espectroscópica revelou que os grupos estudados apresentaram diferenças estatisticamente significativas entre si ($p<0,05$). A tabela abaixo demonstra os valores médios e desvios padrão:

Tabela 2: Média ± desvio padrão dos valores de grau de conversão dos sistemas adesivos.

Grupo	MPa
Controle	86,2% ± 0,34 A
PAC 6,5%	71,5% ± 1,13 B
SM 6,5%	60,2% ± 2,40 C

*Letras maiúsculas diferentes representam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos, enquanto letras semelhantes representam semelhanças estatísticas entre os grupos ($p<0,05$).

Os resultados evidenciam uma redução do grau de conversão nos adesivos contendo agentes biomodificadores. O grupo PAC apresentou menor conversão

polimérica em relação ao controle, enquanto o grupo SM demonstrou o pior desempenho entre os três.

Sorção de Água e Solubilidade

Os resultados indicaram que, em relação à sorção de água, apenas o grupo SM apresentou diferença estatisticamente significativa em relação aos demais grupos ($p<0,05$), demonstrando um maior ganho de moléculas de água. Já no parâmetro de solubilidade, tanto PAC quanto SM diferiram estatisticamente do grupo controle ($p<0,05$), evidenciando maior degradação em meio aquoso (Tabela 3).

Tabela 3: Média ± desvio padrão dos valores de sorção e solubilidade dos sistemas adesivos.

Grupo	SORÇÃO	SOLUBILIDADE
Controle	132,0 ± 21,4 A	95,4 ± 17,0 A
PAC 6,5%	130,0 ± 15,6 A	58,1 ± 10,5 B
SM 6,5%	181,0 ± 9,62 B	69,6 ± 9,33 B

*Letras maiúsculas diferentes representam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos, enquanto letras semelhantes representam semelhanças estatísticas entre os grupos ($p<0,05$).

DISCUSSÃO

Os resultados evidenciaram que o extrato da *Spondias mombin* interferiu nas propriedades físico-mecânicas do adesivo Single Bond Universal ® quando incorporado a ele na concentração de 6,5%, resultando em perdas significativas no percentual de monômeros convertidos a polímeros, na resistência flexural, e favorecendo a sorção de água e a solubilidade. Portanto, a hipótese nula foi rejeitada, pois, após a incorporação do extrato, o adesivo não manteve as propriedades físicas e mecânicas estáveis.

Os achados deste estudo contrastam com investigações anteriores que analisaram a incorporação de produtos naturais aos sistemas adesivos, incluindo alguns provenientes da Caatinga. Nesse sentido, quando o adesivo foi incorporado com componentes antimicrobianos derivados do caju, como o cardol, o ácido anacárdico e o líquido da castanha do caju, as propriedades físico-mecânicas de grau de conversão, a resistência flexural, a sorção e a solubilidade do adesivo, não foram afetadas quando

utilizados na concentração de 15 µg/mL (Souza *et al*. 2022). De forma semelhante, adesivos incorporados com epigalocatequina-3-galato (EGCG), um flavonoide do chá-verde, nas concentrações de 0,1% e 0,01% não apresentaram alterações significativas nas propriedades (Neri *et al*. 2014). Porém, nossos achados evidenciam que a simples presença de polifenóis em um extrato natural não garante que o agente de ligação cruzada será inerte aos componentes do adesivo que será incorporado. Isso provavelmente ocorre porque extratos naturais, como o de *SM*, contêm diferentes compostos químicos, tais como taninos, saponinas, esteróis e triterpenos, os quais são capazes de interagir com os monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos do sistema adesivo, causando reações químicas com potencial de prejudicar as propriedades do composto (Cabral *et al*, 2016). Além disso, a discrepância entre os resultados pode ser atribuída às diferenças entre as concentrações utilizadas, uma vez que, neste estudo, foram avaliadas concentrações superiores em relação aos achados dos trabalhos citados.

Atualmente, as proantocianidinas (PAC) são consideradas uma alternativa promissora no que tange à biomodificação dentinária com extratos naturais. Quando superfícies de dentina foram tratadas por 10 minutos com um extrato hidroalcoólico de *Vitis vinifera* (uva) contendo PAC a 6,5%, posteriormente restaurados com diferentes sistemas adesivos e submetidos ao teste de resistência à tração, foi observado que o grupo tratado com PAC foi o que apresentou maior resistência adesiva imediata em relação ao grupo controle e ao tratamento com extrato de cacau (Castellan *et al.* 2013). Analogamente, Rey *et al* (2022) analisaram os efeitos de ácido fosfórico experimental enriquecido com PAC a 10% na resistência de união à dentina e mostraram que o grupo condicionado com o ácido adicionado de PAC apresentou maior resistência de união após 12 meses, indicando que a PAC contribuiu para a preservação da interface adesiva a longo prazo, embora não tenha sido constatada redução na atividade de MMPs. No presente estudo, apesar de apresentar algumas semelhanças com a PAC em determinados aspectos, como demonstrado pelos dados de solubilidade (Tabela 3), os resultados obtidos quando incorporado à SM foram predominantemente inferiores aos observados com a PAC.

Entretanto, a literatura científica demonstra que, mesmo quando mediada pela PAC, a biomodificação dentinária apresenta limitações significativas, quando o extrato de semente da uva é incorporado ao sistema adesivo. Nesse cenário, no estudo de Rolim

et al (2022), dois sistemas adesivos autocondicionantes foram incorporados à PAC e ao EGCG na concentração de 1% m/v, revelando que a resistência de união à dentina não apresentou diferença significativa em relação ao controle, apesar da PAC proporcionar menor atividade de MMPs. Além disso, em adesivos experimentais contendo PAC nas concentrações de 1%, 2% e 3% (m/v), foi observado que o aumento da concentração de PAC estava associado a um declínio progressivo na resistência de união (Epasinghe *et al,* 2015). Assim, ainda que o extrato de SM tenha apresentado resultados inferiores à PAC, a alta concentração de SM utilizada no nosso estudo poderia justificar a redução da qualidade das propriedades físico-mecânicas do adesivo testado.

Em relação ao grau de conversão, a redução no percentual de monômeros convertidos em polímeros no sistema adesivo pode ser relacionada tanto à acidificação como à concentração elevada dos extratos incorporados. Evidências mostram que, após a incorporação do polissacarídeo catiônico de quitosana diluído em ácido acético em diferentes concentrações, o aumento da concentração da mistura ácida no adesivo resultou em uma redução do grau de conversão e resistência à microtração (Elsaka. 2012). O extrato de SM apresenta uma acidez natural, com pH em torno de 2,0, e pode sofrer variações conforme as condições de armazenamento (Alves *et* al, 2021; Freitas *et al,* 2018). Desse modo, supõe-se que essa acidez pode influenciar negativamente as propriedades físicas do sistema adesivo incorporado com SM, uma vez que a acidificação excessiva dos monômeros pode desencadear reações químicas indesejadas, comprometendo o processo de polimerização e, consequentemente, a estabilidade e o desempenho mecânico do material. Além disso, concentrações elevadas de ALCs podem resultar em um menor grau de conversão até mesmo em no caso de compostos com potencial biomodificador comprovado, como o EGCG (Macedo *et al,* 2019; Albuquerque *et al*, 2019; Souza *et al,* 2025). Acredita-se então que a concentração de 6,5% de SM. usada neste estudo, pode ter contribuído para a redução do grau de conversão.

Nossos achados em relação à sorção de água e solubilidade não corroboram os de Fonseca *et al* (2022), que incorporou o extrato hidroalcoólico de *Arrabideae chica* (crajiru), com pH em torno de 5,0, no primer de um sistema adesivo de condicionamento total, e observou redução na sorção de água e solubilidade das amostras que foram incorporadas. Outro trabalho mostrou redução na solubilidade de

adesivos incorporados com EGCG nas concentrações de 0,1% e 0,01% (Neri *et al.* 2014). Por outro lado, um estudo *in vitro* avaliando a ação do extrato de SM, naturalmente ácido, sobre o esmalte dentário de dentes bovinos observou aumento da molhabilidade e susceptibilidade a alterações de cor (Alves *et al*, 2021). Novamente, os achados da presente pesquisa sugerem que a incorporação do extrato de SM pode ter promovido uma acidificação do adesivo elevando o percentual de monômeros residuais e hidrofilicidade, os quais estão relacionados a uma maior sorção de água e degradação das cadeias poliméricas (Moreira *et al*, 2010. Franco *et al,* 2005).

A redução da resistência flexural possivelmente está associada à redução do grau de conversão de monômeros em polímeros. A presença de monômeros residuais em um compósito resinoso pode comprometer as propriedades físico-mecânicas do material, além de reduzir consideravelmente a sua biocompatibilidade (Odabasi, Guler e Kucukaslan 2024). Além disso, nos materiais com grau de conversão semelhantes, a densidade de ligações cruzadas pode variar, sendo um fator determinante para a resistência flexural dos adesivos (Neri *et al*, 2014). Dessa forma, no caso do extrato de SM, infere-se que não houve a formação de uma matriz polimérica eficiente, o que resultou em um impacto significativo nas propriedades mecânicas do adesivo incorporado.

Este estudo apresenta como limitações a ausência de grupos com concentrações mais baixas do extrato hidroalcoólico da SM, bem como análises após envelhecimento. Somado a isso, ensaios de biomodificação dentinária e de inibição de MMPs seriam interessantes para elucidar informações acerca da interação desses agentes com o colágeno dentinário.

CONCLUSÃO

Diante dos dados apresentados, conclui-se que a incorporação do extrato hidroalcoólico da *Spondias mombin*, na concentração de 6,5%, a um adesivo universal disponível comercialmente, prejudicou as propriedades físico-mecânicas do adesivo, culminando em perdas consideráveis na resistência flexural e no grau de conversão, além de aumentar a sorção de água e solubilidade.

REFERÊNCIAS

AGUIAR, T. R. et al. Dentin biomodification potential depends on polyphenol source. **Journal of Dental Research**, 93(4), 417-422. 2014. https://doi.org/10.1177/0022034514523783.

AKUBUE, P. I. et al. Preliminary pharmacological study of some Nigerian medicinal plants. **Journal of Ethnopharmacology**, 8(1), 53-63. 1983. https://doi.org/10.1016/0378-8741(83)90089-2

AL-AMMAR, A. et al. The use of collagen cross-linking agents to enhance dentin bond strength. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, 91(1), 419-424. 2009. https://doi.org/10.1002/jbm.b.31417.

ALBUQUERQUE, N. L. G. et al. Effect of polymeric microparticles loaded with catechin on the physicochemical properties of an adhesive system. **Operative Dentis*try***, 44(4), 202-211. 2019. https://doi.org/10.2341/18-112-L.

ALVES, F. M. G. et al. Effect of *Spondias mombin* L. extract on the wettability, roughness, color and morphology of bovine enamel. **Brazilian Journal of Oral Sciences**, 20, 1-10, jan.-dez. 2021. https://doi.org/10.20396/bjos.v20i00.8663736.

BEDRAN-RUSSO A. K. et al. Mechanical properties of tannic-acid-treated dentin matrix. **Journal of Dental Research**, 88(9), 807-811. 2009. https://doi.org/10.1177/0022034509342556

BEDRAN-RUSSO A. K. et al. Long-term effect of carbodiimide on dentin matrix and resin-dentin bonds. **Journal of Biomedical Materials Research**. Part B, Applied Biomaterials, 94(1), 250-255. 2010. https://doi.org/10.1002/jbm.b.31649.

BEDRAN-RUSSO, A. K. et al. Dentin biomodification: strategies, renewable resources and clinical applications. **Dental Materials**, 30(1), 62-76. 2014. https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.10.012

BRITO, G. O. et al. Phenolic compound profile by UPLC-MS/MS and encapsulation with chitosan of Spondias mombin L. Fruit Peel Extract from Cerrado Hotspot—Brazil. **Molecules**, 27(8), 2382-2382. 2022. https://doi.org/10.3390/molecules27082382.

CABRAL, B. et al. Phytochemical study and anti-inflammatory and antioxidant potential of Spondias mombin leaves. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, 26(3), 304-311. 2016. https://doi.org/10.1016/j.bjp.2016.02.002. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.bjp.2016.02.002. Acesso em: 9 jul. 2025.

CAI, J.; PALAMARA, J. E. A.; BURROW, M. FFe. Effects of collagen crosslinkers on dentine: a literature review. **Calcified tissue international**, 102(3), 265–279. 2018. https://doi.org/10.1007/s00223-017-0343-7.

CASTELLAN, C. S. et al. Effect of dentin biomodification using naturally derived collagen cross-linkers: one-year bond strength study. **International Journal of Dentistry**, 1-6. 2013. https://doi.org/10.1155/2013/918010.

CETIRA, J. C. S. **Eficácia de diferentes agentes de ligação cruzada no tecido dentinário:** estudo in vitro e revisão sistemática com meta-análise. Tese (Doutorado em Odontologia) - Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza. 2023.

DEMARCO, F. F. et al. Anterior composite restorations: A systematic review on long-term survival and reasons for failure. **Dental Materials,** 31(10),1214-1224. 2015. https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.07.005

DIAS, A. M. A. et al. Wound dressings loaded with an anti-inflammatory jucá (*Libidibia ferrea*) extract using supercritical carbon dioxide technology. **The Journal of Supercritical Fluids,** 74, 34-45. 2013. https://doi.org/10.1016/j.supflu.2012.12.007

ELSAKA, S. E. Antibacterial activity and adhesive properties of a chitosan-containing dental adhesive. **Quintessence International**, 43(7), 603-613. 2012.

ENRICH-ESSVEIN, T. et al. Effects of proanthocyanidin-functionalized hydroxyapatite nanoparticles on dentin bonding. **Clinical Oral Investigations**, 28(8), 444. 2024. https://doi.org/10.1007/s00784-024-05836-7

EPASINGHE, D. et al. Effect of proanthocyanidin incorporation into dental adhesive on durability of resin–dentin bond. **International Journal Of Adhesion And Adhesives**, 63, 145-151. 2015. https://doi.org/10.1016/j.jdent.2011.11.013

FEITOSA, V. P. et al. Impact of hydrophilicity and length of spacer chains on the bonding of functional monomers. **Dental Materials**, 30(12), 317-323. 2014. https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.06.006

FERREIRA, M. R. et al. Chromatographic and spectrophotometric analysis of phenolic compounds from fruits of Libidibia ferrea Martius. **Pharmacognosy Magazine**, 12(2), 285-291. 2016. https://doi.org/10.4103/0973-1296.182165.

FRANCO, E. B. et al. Influence of pH of different adhesive systems on the polymerization of a chemically cured composite resin. **Brazilian Dental Journal,** 16(2), 107-111. 2005. https://doi.org/10.1590/S0103-64402005000200004

FRASSETTO, A. et al. Mechanisms of degradation of the hybrid layer in adhesive dentistry and therapeutic agents to improve bond durability—A literature review. **Dental Materials**, 32(2), 41-53. 2016. https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.11.007.

FREITAS, B. S. M. et al. Physical-chemical characterization of yellow mombin (*Spondias mombin* L.) foam-mat drying at different temperatures. **Revista Brasileira de**

Engenharia Agrícola e Ambiental, 22(6), 430-435. 2018. https://doi.org/10.1590/1807-1929/agriambi.v22n6p430-435

FONSECA, I. S. et al. Polyphenol-enriched extract incorporated into a total-etch adhesive system: effect on water sorption and solubility, extract compound release and dentin enzymatic activity over time. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, 113, 103067. 2022. https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2021.103067

HASS, V. et al. Degradation of dentin-bonded interfaces treated with collagen cross-linking agents in a cariogenic oral environment: an *in situ* study. **Journal of Dentistry,** 49, 60-67. 2016. https://doi.org/10.1016/j.jdent.2016.02.009.

ITO, S. et al. Water sorption/solubility of self-etching dentin bonding agents. **Dental Materials**, *26*(7), 617-626. 2010. https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.03.001

KENNEDY, D.O. et al. Herbal extracts and phytochemicals: plant secondary metabolites and the enhancement of human brain function. **Advances in Nutrition**, 2(1), 32-50. 2011. https://doi.org/10.3945/an.110.000117.

LIU, Y. et al. Calcification resistance of procyanidin-treated decellularized porcine aortic valves in vivo. **Heart Surgery Forum**, 12, 24–29. 2009. https://doi.org/10.1532/HSF98.20081103

LIU, Y. et al. Limitations in Bonding to Dentin and Experimental Strategies to Prevent Bond Degradation. **Journal of Dental Research**, 90(8), 953-968. 2011. https://doi.org/10.1177/0022034510391799

MACEDO, G. V.; YAMAUCHI, M.; BEDRAN-RUSSO, A. K. Effects of chemical cross-linkers on caries-affected dentin bonding. **Journal of Dental Research**, 88(12), 1096-1100. 2009. https://doi.org/10.1177/0022034509351001

MACEDO, F. A. A. et al. Dentin bonding and physicochemical properties of adhesives incorporated with epigallocatechin-3-gallate. **Odontology,** 107(1), 23-28. 2019. https://doi.org/10.1007/s10266-018-0367-0

MOREIRA, F. C. L. Sorption, solubility and residual monomers of a dental adhesive cured by different light-curing units. **Brazilian Dental Journal**, 21(5), 432-438. 2010. https://doi.org/10.1590/S0103-64402010000500010

MOREIRA, M. A. et al. Efficacy of new natural biomodification agents from Anacardiaceae extracts on dentin collagen cross-linking. **Dental Materials**, 33(10),1103-1109. 2017. https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.07.003

NERI, J. R. et al. Physicochemical Properties of a Methacrylate-Based Dental Adhesive Incorporated with Epigallocatechin-3-gallate. **Brazilian Dental Journal**, *25*(6), 528-531. 2014. https://doi.org/10.1590/0103-6440201300096.

ODABASI, D. et al. Evaluation of the amount of residual monomer released from different flowable composite resins. **BMC Oral Health,** 24, 244. 2024. https://doi.org/10.1186/s12903-024-04005-2.

PASHLEY, D. H. et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. **Dental Materials**, 27(1), 1-16. 2011. https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016.

PAVAN, S. et al. Biomimetic approach for root caries prevention using a proanthocyanidin-rich agent. **Caries Research**, 45(5), 443-447. 2011. https://doi.org/10.1159/000330599.

REY, Y. C. D. et al. Phosphoric acid containing proanthocyanidin enhances bond stability of resin/dentin interface. **Brazilian Dental Journal**, 33(4), 62-70, ago. 2022. https://doi.org/10.1590/0103-6440202203941.

ROLIM, D. C. M. et al. Effect of cross-linker's incorporation into two adhesive systems with self-etch mode applied on sound and caries-affected dentin. **International Journal Of Adhesion And Adhesives,** 113, 103074. 2022. https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2021.103074.

SABATINI, C. PASHLEY, D. H. Mechanisms Regulating the Degradation of Dentin Matrices by Endogenous Dentin Proteases and their Role in Dental Adhesion. A Review. **American Journal of Dentistry**, 27(4):2013-214. 2014.

SINGH, P. et al. Effect of carbodiimide on the structural stability of resin/dentin interface. **Journal of Conservative Dentistry**, 19(6), 501-509. 2016. https://doi.org/10.4103/0972-0707.194020.

SOUZA, L. C. de et al. Two-year clinical evaluation of a proanthocyanidins-based primer in non-carious cervical lesions: a double-blind randomized clinical trial. **Journal of Dentistry**, 96:103325. 2020. https://doi.org/10.1016/j.jdent.2020.103325.

SOUZA, N. O. et al. Incorporation of epigallocatechin-3-gallate absorbed onto hydroxyapatite nanoparticles in dental adhesive: impact on resin dentin-bonding, chemical, and mechanical properties. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, 140, 104019. 2025. https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2025.104019.

SOUZA, N. O. et al. Physicochemical and microbiological assessment of a dental adhesive doped with cashew nut shell liquid. **Odontology,** 110(3), 434–443. 2022. https://doi.org/10.1007/s10266-021-00672-7.

SPENCER, P. WANG, Y. Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. **Journal of Biomedical Materials Research**, 62(3), 447-456. 2002. https://doi.org/10.1002/jbm.10364.

SUNG H. W. et al. Crosslinking of biological tissues using ginipin and/or carbodiimide. **Journal of Biomedical Materials Research**. Part A, 64, 427–438. 2003. https://doi.org/10.1002/jbm.a.10346.

TJÄDERHANE, L. et al. Optimizing dentin bond durability: Control of collagen degradation by matrix metalloproteinases and cysteine cathepsins. **Dental Materials**, 29(1):116-135. 2013. https://doi.org/10.1016/j.dental.2012.08.004.

VENIGALLA, B. S. et al. Resin bond strength to water versus ethanol-saturated human dentin pretreated with three different cross-linking agents. **Journal of Conservative Dentistry**, 19(6):555-559. 2016. https://doi.org/10.4103/0972-0707.194019.

VILLEGAS, L. F. et al. Evaluation of the wound-healing activity of selected traditional medicinal plants from Perú. **Journal of Ethnopharmacology**, 55(3):193-200. 1997. https://doi.org/10.1016/s0378-8741(96)01500-0.

XIE, Q. et al. In vitro remineralization effects of grape seed extract on artificial root caries. **Journal of Dentistry**, 36(11):900-906. 2008. https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.07.011.