

**UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO**

**Alencar Kuhn**

**EFEITO DO TEMPO E  
CONCENTRAÇÃO DO ÁCIDO  
GLICÓLICO NA RESISTÊNCIA DE  
UNIÃO À DENTINA**

Passo Fundo

2023

**Alencar Kuhn**

**EFEITO DO TEMPO E CONCENTRAÇÃO  
DO ÁCIDO GLICÓLICO NA RESISTÊNCIA  
DE UNIÃO À DENTINA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia do Curso de Odontologia da UPF, para obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob orientação da profa. Dra. Márcia Borba e coorientação da profa. Dra. Ana Paula Farina.

Passo Fundo

2023

Folha reservada para  
Ata de aprovação da Banca Examinadora

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a.  
Após, faça a substituição pela Ata de aprovação fornecida pela  
Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

Folha reservada para  
Ficha catalográfica

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a.  
Após, faça a substituição pela Ficha Catalográfica fornecida pela  
Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

## **BIOGRAFIA DO AUTOR**

Alencar Kuhn. Nascido em São Carlos – SC, no dia 04 de Agosto de 1986.

Graduado em Odontologia em Dezembro de 2008 pela UNIVALI (Universidade Do Vale Do Itajaí).

Especialista em Implante – Agosto 2011 ABCD/ UNIPLAC.

Trabalhou no PSF (Programa de Saúde da Família) de 2014 até 2019.

Professor da UCEFF Campus Chapecó.

## **OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus por sempre guiar minhas decisões e iluminar meu caminho. Agradeço a minha Esposa Mariana e aos meus Pais Helena e José por todo apoio, amor, carinho, incentivo e ensinamentos.

Não posso deixar de agradecer aos meus colegas que deixaram a caminhada mais tranquila e que ensinaram muito.

Agradeço também a minha orientadora Márcia por toda a paciência, profissionalismo e atenção que deixaram o desafio mais leve.

## SUMÁRIO

BIOGRAFIA DO AUTOR .....	5
OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS .....	6
SUMÁRIO .....	7
LISTA DE TABELAS .....	8
LISTA DE FIGURAS .....	9
LISTA DE ABREVIATURAS .....	10
1. INTRODUÇÃO .....	15
3. PROPOSIÇÃO .....	25
4. MATERIAIS E MÉTODOS .....	26
5. RESULTADOS .....	33
6. DISCUSSÃO .....	40
7. CONCLUSÕES .....	44
CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
REFERÊNCIAS .....	45
APÊNDICES .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
ARTIGO SUBMETIDO .....	53

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Dados de resistência de união (MPa) para os grupos experimentais. ....	33
Tabela 2. Resistência característica ( $\sigma_0$ ) e módulo de Weibull (m), com os respectivos intervalos de confiança de 90% (90% IC) para os grupos experimentais. ....	34
Tabela 3. Frequência de cada tipo de falha para os grupos experimentais. ....	39



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Desgaste com lixa #600 para padronização da smear layer. ....	27
Figura 2. Grupos experimentais. ....	27
Figura 3a. Aplicação do ácido.....	29
Figura 3b Lavagem do ácido.....	29
Figura 4 Aplicação do Adesivo.....	29
Figura 5 Aplicação do Adesivo.....	29
Figura 6 Evaporação solvente.....	29
Figura 7 Fotoativação do adesivo.....	29
Figura 8 Aplicação da resina composta e fotoativação. ....	30
Figura 9 Corte dos dentes para obtenção dos CPs.....	30
Figura 10 Armazenamento dos CPs.....	31
Figura 11 Medição dos CPs.....	31
Figura 12 Fixação dos CPs.....	32
Figura 13 CPs após teste de microtração .....	32
Figura 14 Gráfico de Weibull com os dados de resistência de união para os grupos experimentais separado pelas concentrações de ácido de (a) 20%, (b) 35% e (c) 70% .....	36
Figura 15 Gráfico de Weibull com os dados de resistência de união para os grupos experimentais separado pelos tempos de aplicação do ácido, sendo (a) imediato, (b) 15 segundos e (c) 30 segundos.....	38

## LISTA DE ABREVIATURAS

- (AF) – Ácido Fosfórico
- (AG) – Ácido Glicólico
- (AHAs) - Alfa-hidroxiácidos
- (Bis-GMA) – Bisfenol-glicidil-dimetacrilato
- (CA) – Ácido cítrico
- (CEP) – Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos
- (CLSM) – Microscópio Confocal de Varredura a Laser
- (CP) – Corpos de Prova
- (GLN) – Gluconolactona
- (GLU) – Ácido Glucônico
- (LA) – Ácido Lático
- (MA) – Ácido Maleico
- (MI) – Ácido Málico
- (MMP) – Matriz de Metaloproteinases
- (MPa) – Megapascal
- (SS-OCT) – Tomografia de Coerência Óptica de Varredura não Invasiva
- (TA) – Ácido Tartárico

## RESUMO

Objetivo: Avaliar a resistência de união entre a dentina e a resina composta, após o tratamento com ácido glicólico (AG) em diferentes concentrações e períodos de tempo. Métodos: O estudo foi aprovado pelo CEP (n. 5.501.590). Foram selecionados 50 dentes molares humanos, nos quais o esmalte da superfície oclusal foi removido. Os dentes foram separados aleatoriamente em 10 grupos (n=5): tratados com AG nas concentrações de 20%, 35% e 70% e três tempos de aplicação, remoção imediata, 15 s e 30 s. O grupo controle foi tratado com ácido fosfórico (AF) 35% por 15 s. Em seguida, o sistema adesivo foi aplicado sobre a superfície da dentina, fotoativado e foi confeccionado um bloco de resina composta pela técnica incremental. Os dentes foram seccionados utilizando uma cortadeira metalográfica para originar corpos-de-prova (CP) em forma de palitos com uma área de 1 mm<sup>2</sup>. Os CPs foram submetidos ao teste de microtração em uma máquina de ensaio universal (0,5 mm/min). Os dados de resistência de união foram avaliados com teste de Kruskal- Wallis e Dunn ( $\alpha=0,05$ ). Também foram analisados com análise de Weibull de dois parâmetros ( $\sigma_0$  – resistência característica; m – módulo de Weibull). Resultados: Os valores de resistência de união foram estatisticamente semelhantes entre os grupos experimentais (p=0,085). Os grupos tratados com AG apresentaram resistência de união semelhante ao grupo controle (AF 35% - 15 s). Na análise de Weibull, o grupo AG 35% - 15 s apresentou o maior valor de m, semelhante a AG 20% - 15 s, AG 70% - 15 s e AG 70% - 30 s, e superior aos demais grupos. Conclusão: O condicionamento ácido da dentina com ácido glicólico nas diferentes concentrações e tempos resultaram em resistência de união à resina

composta similar ao tratamento controle com ácido fosfórico. A concentração e tempo de aplicação do ácido glicólico na dentina não influenciaram a resistência de união à resina composta. Por outro lado, o uso do AG 35% por 15 s resultou em menor dispersão dos dados de resistência, indicando uma maior previsibilidade do tratamento restaurador.

Palavras-chave: Adesivos Dentinários; Adesividade; Condicionamento Ácido do Dente; Dentina; Hidroxiácidos.

## ABSTRACT<sup>1</sup>

Objective: To assess the bond strength between dentin and composite resin after treatment with glycolic acid (GA) at different concentrations and application times. Methods: The study was approved by the Research Ethics Committee (Protocol No. 5.501.590). Fifty human molar teeth were selected, and the occlusal enamel surface was removed. The teeth were randomly divided into 10 groups (n=5): treated with GA at concentrations of 20%, 35%, and 70%, and three application times (immediate removal, 15 s, and 30 s). The control group was treated with 35% phosphoric acid (PA) for 15 s. Subsequently, an adhesive system was applied to the dentin surface, photoactivated and a composite resin block was built using an incremental technique. The teeth were sectioned using a metallographic cutter to produce bar-shaped specimens with an area of 1 mm<sup>2</sup>. The specimens underwent microtensile testing in a universal testing machine (0.5 mm/min). Bond strength data were analyzed using Kruskal-Wallis and Dunn tests ( $\alpha=0.05$ ). Two-parameter Weibull analysis ( $\sigma_0$  – characteristic strength; m – Weibull modulus) was also performed. Results: Bond strength values were statistically similar among the experimental groups ( $p=0.085$ ). The GA-treated groups exhibited bond strength comparable to the control group (PA 35% - 15 s). In the Weibull analysis, the GA 35% - 15 s group showed the greatest m-value, similar to GA 20% - 15 s, GA 70% - 15 s and GA 70% - 30 s, and superior to the

---

<sup>1</sup> Effect of time and concentration of glycolic acid on resin bond strength to dentin

other groups. Conclusion: Dentin acid conditioning with glycolic acid at different concentrations and application times resulted in bond strength to composite resin similar to the control treatment with phosphoric acid. The concentration and application time of glycolic acid on dentin did not influence the bond strength to composite resin. Nevertheless, the use of GA 35% for 15 s lead to lower spread of the flexural strength data, suggesting greater reliability of the restorative treatment.

Key words: Acid Etching, Dental; Adhesiveness; Dentin-Bonding Agents; Dentin; Hydroxy Acids.

## 1. INTRODUÇÃO

A adesão de materiais restauradores à estrutura do dente revolucionou a abordagem do tratamento odontológico, tornando as resinas compostas os materiais mais populares na odontologia. As resinas compostas são essenciais para muitos procedimentos odontológicos, especialmente por suas boas propriedades mecânica, qualidade estética, características de manuseio e capacidade de adesão à estrutura dental (VIDAL *et al.*, 2021).

Durante os procedimentos adesivos com condicionamento ácido, a dentina é parcialmente desmineralizada, assim, a matriz orgânica fica exposta. Monômeros hidrofílicos e resinas adesivas infiltram a matriz dentinária desmineralizada e os túbulos dentinários, e quando polimerizados *in situ*, formam uma camada impregnada de resina, chamada de camada híbrida (BEDRAN-RUSSO *et al.*, 2008). A integridade dessa interface adesiva pode tornar-se comprometida com o tempo devido a vários processos, incluindo vedação adesiva incompleta combinada com o efeito de fatores biológicos de degradação. Um dos principais fatores biológicos é a digestão das fibras de colágeno por metaloproteinase da matriz dentinária (MMPs) (HUANG *et al.*, 2018).

O ácido fosfórico é usado quase exclusivamente no condicionamento dos tecidos duros dentais. Estudos mostram sua influência nas metaloproteinases da matriz de dentina (PASHLEY,

DAVID H. *et al.*, 2011) bem como sua influência na atividade da desnaturação das proteases dentinárias (TEZVERGIL-MUTLUAY *et al.*, 2013), e na degradação das fibras colágenas expostas pelo condicionamento (PASHLEY *et al.*, 2004). No momento que ocorre o condicionamento da dentina utilizando o ácido fosfórico 35% ocorre uma desmineralização excessiva de 5  $\mu\text{m}$  a 8  $\mu\text{m}$ , expondo as fibras colágenas até esta profundidade. Além disso, a infiltração total do colágeno exposto pela resina adesiva após o tratamento da dentina com ácido fosfórico é limitada (FARIAS *et al.*, 2016). Outros estudos já demonstraram que a profundidade de desmineralização do ácido fosfórico é maior do que a penetração dos adesivos, deixando fibras colágenas expostas (SANTINI & MILETIC, 2008). A degradação da matriz de colágeno está diretamente relacionada com a deterioração da interface dentina-adesivo, principal responsável pela falha nas restaurações ao longo do tempo (HU *et al.*, 2015).

Desta forma se faz necessária a busca por novo condicionador dental que provoque uma desmineralização menor e mais controlada da dentina, que seja menos agressivo, biocompatível com as estruturas orgânicas, aumentando a qualidade e durabilidade das restaurações dentais. Nesse sentido, estão sendo realizados estudos com os alfa-hidroxiácidos (AHAs), que são uma classe de compostos químicos frequentemente usados em cosméticos e dermatologia. Os AHAs são ácidos orgânicos que consistem em um grupo carboxílico substituído por um grupo hidroxila no carbono adjacente. Os AHAs podem ocorrer naturalmente como componentes ácidos de muitas substâncias botânicas, como frutas (BABILAS *et al.*, 2012). Dentre eles, o ácido glicólico é o menor alfa-hidroxiácido e amplamente utilizado em aplicações para a pele



(VALLE-GONZÁLEZ *et al.*, 2020), por sua capacidade de aumentar a síntese de colágeno (BERNSTEIN *et al.*, 2001). O ácido glicólico esta naturalmente presente na cana de açúcar, não é toxico e é hidrossolúvel (HOWARD MURAD & AVA T. SHAMBAN, 1995; TANG & YANG, 2018).

Estudos mostram resultados na resistência de união semelhantes do ácido glicólico e do ácido fosfórico nos tecidos duros, como esmalte e dentina, na concentração de 35% (DURIGON *et al.*, 2020), mas interferindo menos no colágeno dentinário (BARCELLOS *et al.*, 2020). Ácido glicólico também mostrou resultados melhores ou semelhantes que o ácido fosfórico na microdureza do esmalte e rugosidade da dentina e uma desmineralização mais rasa, com maior estabilidade da dentina em comparação ao ácido fosfórico (VIDAL *et al.*, 2021). Por essas características, se mostra uma substância alternativa promissora para promover o condicionamento ácido dos substratos dentinários para a adesão. Portanto, é importante aprofundar o conhecimento sobre o comportamento da dentina condicionada com o ácido glicólico em diferentes concentrações e tempos de aplicação.

## 2. REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Adesão

Apesar da confiabilidade da adesão ao esmalte, a adesão à dentina tem sido considerada mais difícil e menos previsível. O principal obstáculo é a natureza heterogênea da dentina, com hidroxiapatita depositada sobre uma malha de fibras colágenas. Além disso, a dentina está intimamente ligada ao tecido pulpar por meio de numerosos túbulos cheios de líquido, que atravessam a dentina da polpa até a junção dentino-esmalte (CARDOSO *et al.*, 2011).

A desmineralização da dentina também está envolvida na qualidade de união da dentina aos sistemas adesivos. Em procedimentos adesivos, ácido fosfórico 32 a 37% é usado para expor a malha de fibrilas de colágeno para retenção micromecânica de adesivos e resinas compostas (TEZVERGIL-MUTLUAY *et al.*, 2013). Embora uma pequena fração dessas proteases possa ser extraída por ácidos, a maioria permanece ligada à matriz em suas formas ativas, onde podem hidrolisar lentamente a matriz de colágeno (PASHLEY *et al.*, 2004).

As camadas híbridas criadas por adesivos de condicionamento e enxágue sofrem degradação dentro de 6 meses a 3-5 anos. Isso se manifesta por uma perda de bandas cruzadas de fibrilas de colágeno e um grande aumento na absorção de água (PASHLEY *et al.*, 2011). As fibrilas de colágeno incompletamente infiltradas por adesivo na dentina condicionada com ácido são suscetíveis à degradação independente de contaminação bacteriana (PASHLEY *et al.*, 2004). Além disso, a

colagenase (matriz de metaloproteinases, MMPs) ativada por ácidos provou estar envolvida no processo de degradação do colágeno dentinário (CHANGQI XU, 2014).

Na pesquisa de HU *et al.*, 2015 concluíram que havia uma correlação negativa entre o grau de degradação do colágeno e a magnitude da resistência à microtração. Assim, a redução da resistência de união foi acompanhada pela degradação do colágeno. Esses resultados fornecem evidências da relação causal entre a degradação do colágeno e a deterioração da interface dentina-adesivo.

A degradação precoce da interface resina-dentina é um dos problemas que limitam a longevidade das restaurações (ZHOU *et al.*, 2021) avaliaram a interface resina-dentina usando tomografia de coerência óptica de varredura não invasiva (SS-OCT) e microscópio confocal de varredura a laser (CLSM). Adesivos autocondicionantes e resinas compostas contendo bisfenol-glicidil-dimetacrilato (Bis-GMA), que é um dos monômeros mais amplamente utilizados em materiais restauradores, foram investigados neste estudo. Quarenta cavidades cervicais foram preparadas em incisivos bovinos, restauradas e desafiadas por biofilme cariogênico. A formação de fendas e a desmineralização da dentina ao redor das resinas compostas foram observadas por SSOCT e CLSM. Como resultado, detectaram três tipos de degradação da interface resina-dentina: tipo I, desmineralização da dentina ao redor da resina sem presença de fendas; tipo II, desmineralização da dentina ao redor da resina com lacunas adesivas; tipo III, desmineralização da dentina ao redor da resina com zonas de descolamento entre adesivo-dentina. Os materiais restauradores contendo Bis-GMA e sem Bis-GMA mostram diferenças na escala de fendas e na profundidade da lesão da parede dentinária.

### 2.1.1 Ácido fosfórico

Desde a descoberta de que o condicionamento ácido da superfície dental aumenta a resistência de união das restaurações, feita por Buonocore (BUONOCORE *et al.*, 1968), e desde que Nakabayashi, em 1982 (SHINCHI *et al.*, 2000) demonstrou a verdadeira formação de camada híbrida, que é considerada como o principal mecanismo de união dos agentes adesivos, muito é pesquisado sobre sistemas adesivos, mas pouco se sabe sobre a melhoria e desenvolvimento dos produtos para o condicionamento da dentina (PASHLEY *et al.*, 2011; SOFAN *et al.*, 2017).

BALOOCH *et al.*, (2008) afirmam que a dentina e o osso derivam suas propriedades mecânicas de um arranjo complexo de fibrilas de colágeno tipo I reforçadas com mineral de apatita nanocristalina em compartimentos extra e intrafibrilares. Embora as propriedades mecânicas tenham sido determinadas para a maior parte do tecido mineralizado, as informações sobre a mecânica da fibrila individual são limitadas. A microscopia de força atômica foi usada em fibrilas de colágeno individuais para estudar mudanças estruturais e mecânicas durante o condicionamento ácido. Houve uma diminuição no módulo de elasticidade durante o condicionamento ácido de fibrilas de colágeno individuais. Os resultados confirmam a hipótese de que o mineral intrafibrilar desmineraliza a uma taxa substancialmente mais lenta do que o mineral extrafibrilar. Essas descobertas são relevantes para entender a biomecânica e a estrutura dos tecidos calcificados derivados de matrizes de colágeno, como a dentina.

ELIADES *et al.* (1997) avaliaram o efeito de condicionadores ácidos na morfologia da dentina, composição molecular e conformação do colágeno *in situ*. Corpos-de-prova de dentina com smear layer foram preparados e tratados com diferentes substâncias para condicionamento ácido: ácido cítrico 10% (CA Agent, Kuraray), ácido fosfórico 35% (Scotchbond Etchant, 3M Dental Products) e ácido maleico 10% (Scotchbond MP Etchant, 3M Dental Products). Como resultado, todos os condicionadores removeram a smear layer, afunilaram os túbulos, aumentaram a rugosidade intertubular e contaminaram as superfícies dentinárias com resíduos dos agentes espessantes. O ácido cítrico 10% resultou em uma extensão significativamente menor de descalcificação da dentina do que o ácido fosfórico 35%. Além da descalcificação da dentina, os condicionadores ácidos induziram mudanças consideráveis na conformação do colágeno da dentina, principalmente associadas a processos de desnaturação. Além disso, espessantes residuais modificaram substancialmente a morfologia e a composição das superfícies dentinárias. Essas descobertas mostram os complexos caminhos de interação entre os condicionadores e as superfícies dentinárias.

### 2.1.2 Ácido Glicólico

Os  $\alpha$ -hidroxiácidos (AHAs) são um grupo de ácidos orgânicos não tóxicos que foram empregados ao longo da história primeiro como auxiliares de beleza e mais recentemente como agentes de peeling químico superficial para uma variedade de condições dermatológicas. Membros do grupo AHA, ácido glicólico, ácido láctico, ácido málico, ácido tartárico e

ácido cítrico. Os AHAs mais usados são os ácidos glicólico e lático (TUNG *et al.*, 2000).

O ácido glicólico é o menor alfa-hidroxiácido e amplamente utilizado para aplicações de cuidados com a pele (VALLE-GONZÁLEZ *et al.*, 2020). É um ácido orgânico de ocorrência natural presente em muitos alimentos e açúcares do leite e cana-de-açúcar (ANDERSEN, 1998). Estudos revelaram que o tratamento com ácido glicólico, tanto *in vitro* quanto *in vivo*, aumentou a produção de colágeno por meio de um efeito direto na proliferação de fibroblastos, independente de mecanismos inflamatórios (KIM *et al.*, 1998).

É uma substância nova e promissora quando utilizada em dentina radicular. O ácido glicólico possui um pH estável, não afeta as propriedades da dentina, tais como a diminuição da resistência flexural, microdureza e seu potencial de desmineralização é menor, tornando-se menos agressiva e estrutura dentinária. O ácido glicólico condiciona efetivamente as superfícies de esmalte e dentina, resultando em valores de resistência de união semelhantes aos associados ao ácido fosfórico tradicional. É um condicionador de superfície de esmalte e dentina adequado para procedimentos restauradores adesivos (CECCHIN *et al.*, 2018; BARCELLOS *et al.*, 2020).

TREVELIN *et al.* (2019) investigaram a eficácia de cinco AHAs como condicionadores de superfícies de esmalte e dentina. Foram avaliados ácido glicólico (GA), lático (LA), cítrico (CA), málico (MI) e tartárico (TA), e os controles fosfórico (PA) e maleico (MA). Todos os ácidos foram preparados na concentração de 35%. Para as avaliações de adesão empregaram o sistema adesivo Adper Single Bond Plus (solvente a base de álcool). Como resultado os AHA exibiram profundidade de

desmineralização de esmalte e dentina estatisticamente menor (média de 4 vezes) do que os controles. No esmalte, condicionamento MA e PA resultaram em maior resistência de união do que AHA. Em dentina, o condicionamento de GA, TA, CI e LA resultou em resistência de união semelhante ao PA. A espessura da camada híbrida e a intensidade da micro-permeabilidade interfacial foram estatisticamente menores para os grupos AHA. Os condicionadores AHA provocaram menor atividade enzimática da dentina do que os controles. Assim, os AHAs condicionaram de forma eficaz as superfícies de esmalte e dentina. Em particular, GA e TA resultaram em resistência de união adequada e capacidade de selamento, bem como induziram menos atividade gelatinolítica na dentina do que PA e MA.

No estudo de VIDAL *et al.* (2021), foi testado o potencial de desmineralização, o desempenho da união e a bioestabilidade da dentina ao usar AHAs para condicionamento ácido do esmalte e da dentina. A microdureza superficial, a rugosidade e a profundidade da desmineralização foram investigadas após condicionamento do esmalte e dentina com ácido glicólico (GA), ácido tartárico (TA), ácido glucônico (GLU), gluconolactona (GLN) ou ácido fosfórico (PA), todos na concentração de 35%. A resistência de união à microtração da dentina após 24 horas e 1 ano de adesão e a resistência ao cisalhamento do esmalte após 24 horas foram obtidas. GA apresentou resultados melhores ou semelhantes ao PA para microdureza do esmalte e rugosidade da dentina, enquanto não foram observadas diferenças significativas entre TA, GLU e GLN. Os AHAs produziram desmineralização menos profunda do que o PA. GLN resultou nos menores valores de resistência de união à dentina e esmalte, enquanto GA, GLU, TA e PA não mostraram diferença

significativa. Não houve diferença significativa na resistência de união entre 24 horas e 1 ano de armazenamento. Os AHAs resultaram em maior bioestabilidade da dentina do que o PA. Assim, GA, GLU e TA resultaram em desempenho adequado de adesão e redução da degradação da dentina, sendo potenciais ácidos alternativos para melhorar a estabilidade a longo prazo das restaurações adesivas.



### **3. PROPOSIÇÃO**

Comparar a resistência de união entre dentina e resina composta em dentes condicionados com ácido fosfórico (35%) por 15 segundos, e com ácido glicólico em diferentes concentrações (20%, 35% e 70%) com diferentes tempos de exposição (remoção imediata, 15 s e 30 s).

As hipóteses testadas são: (1) o condicionamento ácido da dentina com ácido glicólico nas diferentes concentrações e tempos resultam em resistência de união à resina composta similar ao tratamento controle com ácido fosfórico; (2) não existe efeito da concentração e tempo de aplicação do ácido glicólico na resistência de união entre dentina e resina composta.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

O projeto de pesquisa foi submetido e aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos (CEP) protocolo n. 5.501.590 (Anexo I).

### 4.1 Preparo dos Dentes

Foram coletados 50 molares superiores e inferiores imediatamente após exodontia e armazenados em recipiente de vidro hermeticamente fechado, que foi congelado imediatamente. Os dentes foram limpos com curetas de Gracey Duflex 7/8, 11/12 e 13/14 (SS White, Rio de Janeiro, R.J, Brasil) e foram inspecionados a procura de cáries, trincas ou defeitos estruturais para não comprometer a pesquisa. Após a inspeção, foram armazenados por até 6 meses em freezer com temperatura de -17°C antes dos procedimentos laboratoriais.

Todos os dentes, primeiramente, tiveram a porção radicular removida com um disco de diamante (102 mm de diâmetro por 0,3 mm de espessura; Buehler, modelo 11 – 4253, série 15 LC, Lake Bluff, ILL 6004, EUA) em máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Lake Forest, IL, EUA) com velocidade de 250 rpm e 50 g de peso, sob refrigeração com água. Após, foram desgastados com lixas de carbetto de silício (3M, 3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil) com granulação #180 e #320, em uma politriz com irrigação, para a remoção total do esmalte (sem expor os cornos pulpares) e regularização da superfície da dentina, respectivamente. No mesmo dia da confecção das restaurações, a dentina média-coronal foi

desgastada com lixa #600 por 20 s (70 rpm) para padronização da smear layer (Figura 1). Os dentes foram distribuídos aleatoriamente em 10 grupos (5 dentes por grupo), de acordo com o tipo de tratamento de superfície (Figura 2).



Figura 1. Desgaste com lixa #600 para padronização da smear layer.

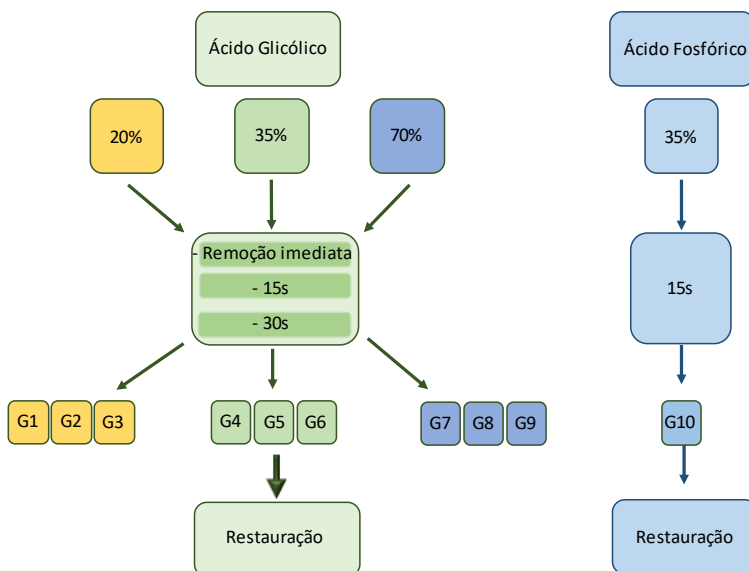


Figura 2. Grupos experimentais.

#### **4.2 Tratamento de Superfície e Confeção das Restaurações**

O condicionamento das superfícies foi feito com aplicação do ácido diretamente sobre a superfície de dentina utilizando seringas (Figura 3a). Foi usado ácido fosfórico a 35% Ultra-Eatch (Ultradent, USA) para o grupo controle, e ácido glicólico manipulado (Natu Pharma, Passo Fundo, BR) com diferentes concentrações e tempos de exposição, de acordo com a Figura 2. O ácido foi lavado com água durante 10 s (Figura 3b) e aplicado adesivo Adapter Single Bond 2 (3M ESPE) com o seguinte protocolo:

a) com a superfície da dentina molhada (lâmina de água presente na superfície) foi despejada uma gota do adesivo e friccionado com micro-brush por 20s até evaporação do solvente (Figura 4);

b) uma segunda gota do adesivo foi despejada e friccionado por 20 s (Figura 5);

c) o excesso do adesivo foi removido com jatos de ar até não se observar movimentação do mesmo na superfície (aproximadamente 50 segundos) (Figura 6);

d) o adesivo foi fotoativado com LED, com potência de 1050 mW/cm<sup>2</sup> (Emitter G, Schuster, Brasil) por 20 s (Figura 7).

Após aplicação do adesivo, três camadas de 2 mm de resina composta (Z250, 3M, cor A1) foram aplicadas, sendo feita fotoativação com LED, por 20 s, a cada camada inserida, totalizando 6 mm de espessura de resina composta (Figura 8).

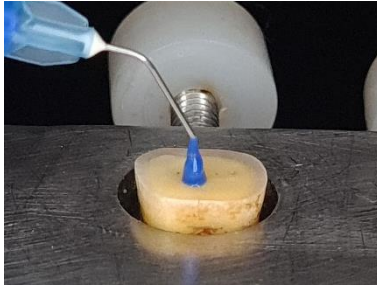


Figura 3a. Aplicação do ácido

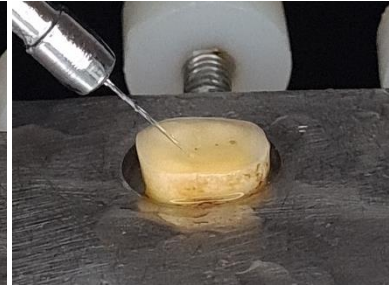


Figura 3b. Lavagem do ácido

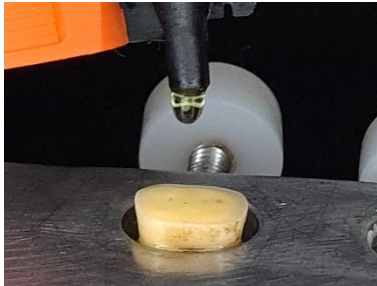


Figura 4. Aplicação do Adesivo

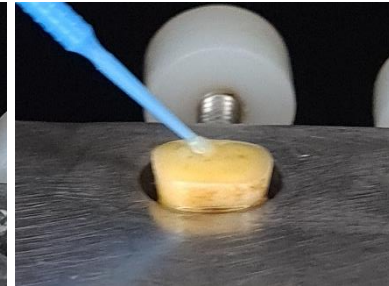


Figura 5. Aplicação do Adesivo

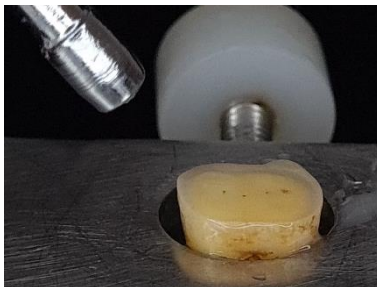


Figura 6. Evaporação solvente

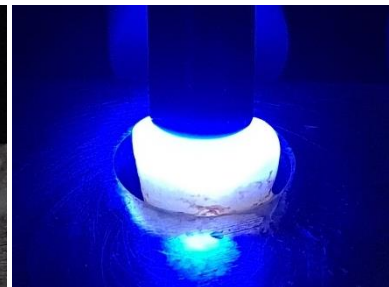


Figura 7. Fotoativação do adesivo



Figura 8. Aplicação da resina composta e fotoativação.

### 4.3 Obtenção dos corpos-de-prova (CPs)

Os dentes restaurados foram armazenados em água destilada por, pelo menos, 24 h antes da obtenção dos CPs pela técnica de non-trimming ou não recortado (DELLA BONA *et al.*, 2006). Após, as coroas restauradas foram seccionadas verticalmente com um disco de diamante (102 mm de diâmetro por 0,3 mm de espessura; Buehler, modelo 11 – 4253, série 15 LC, Lake Bluff, ILL 6004, USA) em máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Lake Forest, IL, USA) com velocidade de 250 rpm e 50 g de peso, sob refrigeração com água (Figura 9). Os CPs em forma de palito tiveram uma área de secção transversal de aproximadamente 1 mm<sup>2</sup>.

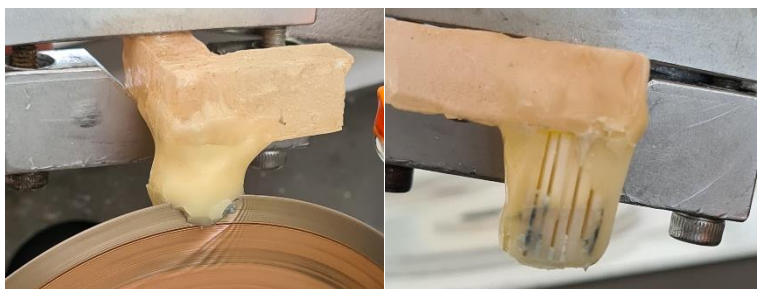


Figura 9. Corte dos dentes para obtenção dos CPs.

Cada CP foi armazenado individualmente em água destilada, por até 07 dias, a 37°C até o momento dos testes (Figura 10). A área da secção

transversal de cada CP foi mensurada com paquímetro digital (Figura 11). Foi obtido de cada dente uma média de 8 CPs para ensaio de microtração.



Figura 10. Armazenamento dos CPs



Figura 11. Medição dos CPs

#### 4.4 Ensaio de Microtração

Os CPs foram fixados nos dispositivos de microtração com cianoacrilato GEL (Superbonder, Henkel Loctite) (Figura 12). Foi utilizada uma máquina de ensaio universal (EMIC DL 2000) com velocidade de 0,5 mm/min até a falha (Figura 13). Os valores de força (F - N) foram obtidos e divididos pela área (A - mm) da secção transversal de cada CP para calcular a resistência de união ( $\sigma$  - MPa):

$$\sigma = F/A$$

A superfície de fratura dos CPs foi analisada com microscopia óptica e o tipo de falha foi classificado como: coesiva, mista ou adesiva.



Figura 12. Fixação dos CPs



Figura 13. CPs após teste de microtração

#### 4.5 Análise Estatística

Os dados de resistência de união não passaram no teste de Normalidade de Shapiro-Willk ( $p < 0,05$ ) e foram analisados com teste de Kruskal-Wallis ( $\alpha = 0,05$ ).

Os dados de resistência de união também foram analisados com análise de Weibull de dois parâmetros ( $\sigma_0$  – resistência característica;  $m$  – módulo de Weibull). Os intervalos de confiança de 90% para os parâmetros de Weibull foram calculados pelo método da Razão da Verossimilhança. A análise estatística foi realizada com um software de confiabilidade (Weibull++, Reliasoft).



## 5. RESULTADOS

Os dados de resistência de união estão apresentados na Tabela 1. Os valores de resistência de união foram estatisticamente semelhantes entre os grupos experimentais ( $p=0,085$ ). Os grupos tratados com AG apresentaram resistência de união semelhante ao grupo controle (AF 35% - 15 s). Não foi observado efeito da concentração e tempo de aplicação do AG na resistência de união da resina à dentina. Por outro lado, o grupo tratado com AG 35% - 15 s apresentou menor amplitude dos dados de resistência, indicando menor variabilidade.

Tabela 1. Dados de resistência de união (MPa) para os grupos experimentais.

<b>Grupo</b>	<b>n</b>	<b>Mediana*</b>	<b>Q<sub>1</sub></b>	<b>Q<sub>3</sub></b>	<b>Amplitude</b>
AF35%-15s	39	37.48 a	21.36	48.16	86.37
AG20%-I	31	25.66 a	15.90	38.57	65.14
AG20%-15s	40	37.08 a	28.60	49.04	90.52
AG20%-30s	34	33.14 a	22.77	56.61	85.43
AG35%-I	35	31.62 a	18.59	44.44	86.61
AG35%-15s	34	34.75 a	26.67	41.67	45.26
AG35%-30s	29	40.62 a	19.34	55.79	68.35
AG70%-I	41	29.90 a	11.73	40.43	86.30
AG70%-15s	31	29.90 a	18.82	37.14	60.34
AG70%-30s	40	32.55 a	25.98	40.43	68.75

\*Medianas seguidas por letras iguais são estatisticamente semelhantes ( $p>0,05$ )

Os dados da análise de Weibull se encontram na Tabela 2 e nas Figuras 14 e 15. Não houve diferença estatística para resistência

característica ( $\sigma_0$  – resistência de união para uma probabilidade de falha de 63.2%) entre os grupos experimentais, já que os intervalos de confiança de 90% (IC 90%) se sobrepõem, com exceção do grupo AG 70% - I que obteve valores menores do que AG 20% - 15 s. O grupo AG 35% - 15 s apresentou o maior valor de módulo de Weibull (m), semelhante a AG 20% - 15 s, AG 70% - 15 s e AG 70% - 30 s, e superior aos demais grupos. Maiores valores de m indicam menor dispersão dos dados de resistência de união.

Tabela 2. Resistência característica ( $\sigma$ ) e módulo de Weibull (m), com os respectivos intervalos de confiança de 90% (90% IC) para os grupos experimentais.

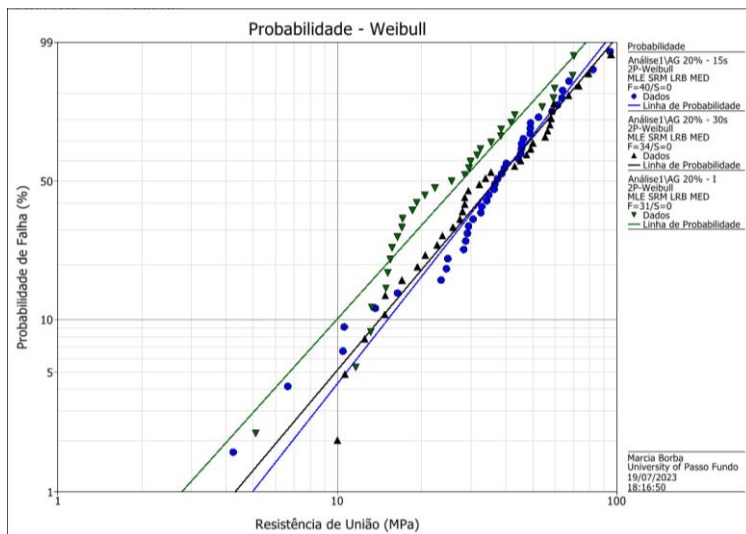
<b>Grupo</b>	$\sigma_0^*$	$\sigma_0 - 90\% \text{ IC}$	<b>m*</b>	<b>m - 90% IC</b>
AF 35% -15 s	44,0 ab	38,1; 50,6	2,0 b	1,6; 2,4
AG 20% - I	33,8 ab	28,3; 40,1	1,8 b	1,5; 2,3
AG 20% - 15 s	44,1 a	38,5; 50,2	2,1 ab	1,7; 2,6
AG 20% - 30 s	44,4 ab	37,9; 51,7	2,0 b	1,6; 2,4
AG 35% - I	39,1 ab	32,6; 46,5	1,7 b	1,3; 2,1
AG 35% - 15 s	37,7 ab	34,2; 41,3	3,3 a	2,6; 4,0
AG 35% - 30 s	43,9 ab	36,9; 51,7	2,0 b	1,5; 2,5
AG 70% - I	32,3 b	27,1; 38,1	1,6 b	1,3; 2,0
AG 70% - 15 s	33,9 ab	29,3; 38,9	2,3 ab	1,8; 2,8
AG 70% - 30 s	38,1 ab	33,8; 42,2	2,5 ab	2,0; 3,0

\*Valores seguidos por letras iguais na mesma coluna são estatisticamente semelhantes.

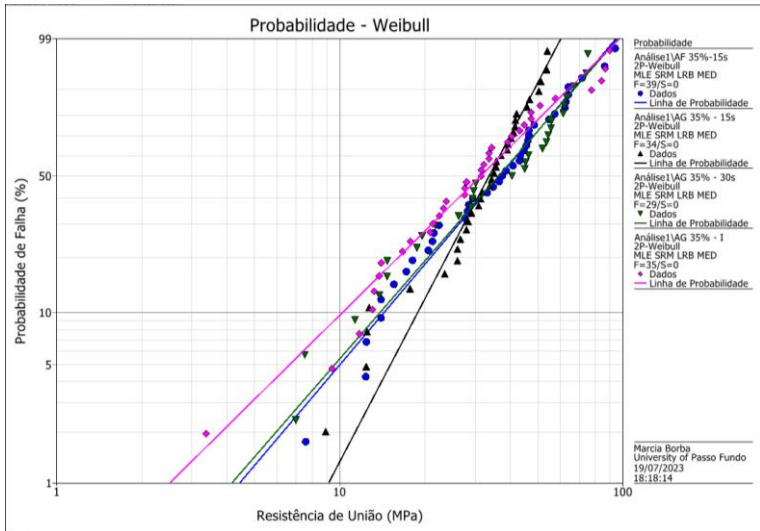
Nos gráficos de Weibull (Figura 14), ao analisar, separadamente, os dados de resistência de união dos diferentes tempos de aplicação para

a mesma concentração de ácido, observa-se que o tempo imediato apresenta uma tendência para valores menores de resistência de união e mais dispersos, já que a curva está deslocada para a faixa de valores menores (esquerda) em relação aos demais tempos.

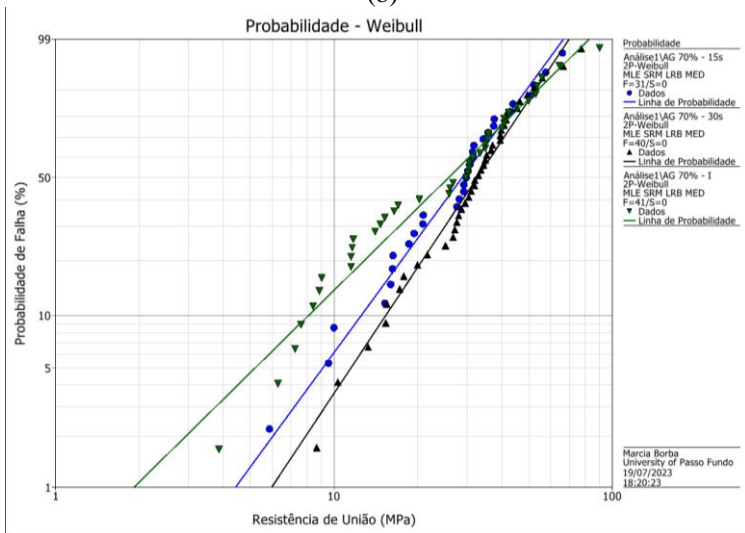
Nas Figuras 14 e 15, também é possível observar que a curva do grupo AG 35% - 15 s é menos inclinada que as demais, devido a menor variabilidade dos dados de resistência de união, o que resulta em maior módulo de Weibull.



(a)



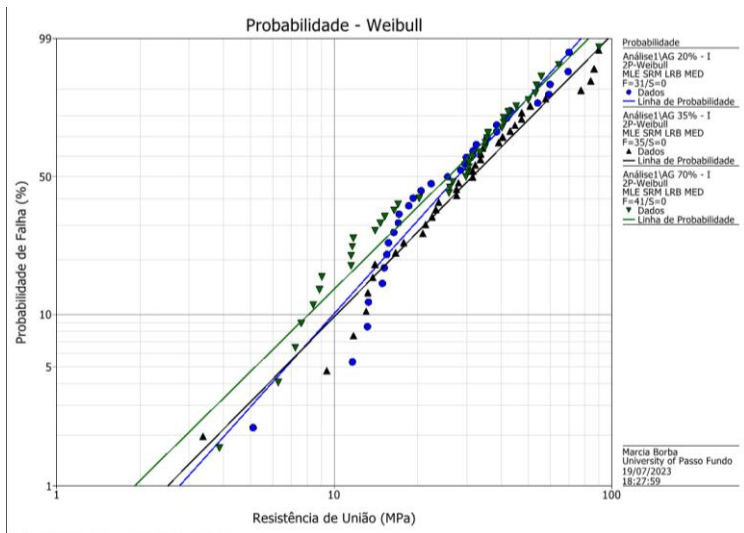
(b)



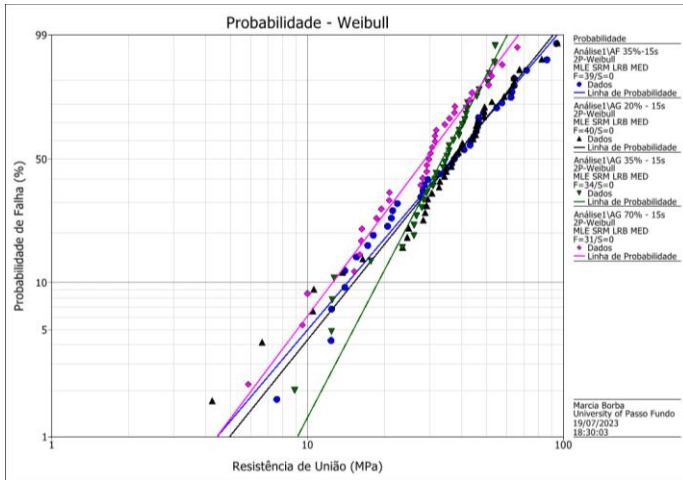
(c)

Figura 14. Gráfico de Weibull com os dados de resistência de união para os grupos experimentais separado pelas concentrações de ácido de (a) 20%, (b) 35% e (c) 70%.

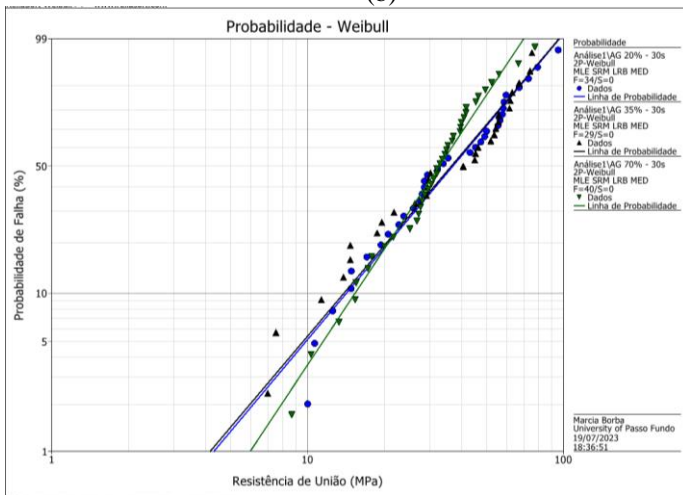
Quando foi analisado, separadamente, os dados de resistência de união das diferentes concentrações de ácido para o mesmo tempo de aplicação, observa-se que a concentração de 70% apresenta uma tendência para valores menores de resistência de união no tempo de aplicação imediato (Figura 15a). Porém, a medida que o tempo de aplicação aumenta para 15 s e 30 s, os valores de resistência de união do grupo 70% ficam mais próximos aos grupos 20% e 35% (Figuras 15b e 15c).



(a)



(b)



(c)

Figura 15. Gráfico de Weibull com os dados de resistência de união para os grupos experimentais separado pelos tempos de aplicação do ácido, sendo (a) imediato, (b) 15 segundos e (c) 30 segundos.

Na Tabela 3, encontra-se a frequência de cada tipo de falha para cada grupo experimental.

*Tabela 3. Frequência de cada tipo de falha para os grupos experimentais.*

<b>Grupo</b>	<b>Adesiva (%)</b>	<b>Coesiva (%)</b>	<b>Mista (%)</b>
AF 35% -15 s	4,3	78,3	17,4
AG 20% - I	6,5	16,1	77,4
AG 20% - 15 s	5,0	27,5	67,5
AG 20% - 30 s	6,1	18,2	75,8
AG 35% - I	16,0	20,0	64,0
AG 35% - 15 s	5,9	11,8	82,4
AG 35% - 30 s	7,1	21,4	71,4
AG 70% - I	20,5	10,3	69,2
AG 70% - 15 s	6,7	23,3	70,0
AG 70% - 30 s	7,5	27,5	65,0

## 6. DISCUSSÃO

A resistência de união do sistema adesivo tem influência direta na longevidade e qualidade das restaurações e, por isso, deve ser avaliada. No presente estudo, o condicionamento da dentina com ácido glicólico nas diferentes concentrações e tempos resultaram em resistência de união à resina composta similar ao tratamento controle com ácido fosfórico, aceitando a primeira hipótese do estudo.

O uso de AG como uma opção para o condicionamento dentinário surgiu com resultados promissores considerando a degradação dentinária e a potencial estabilidade adesiva a longo prazo (CECCHIN *et al.*, 2018; VIDAL *et al.*, 2021). Na tentativa de explorar alternativas mais eficientes, diferentes concentrações e tempos de aplicação foram avaliados no presente estudo. Entretanto, os achados de resistência de união por microtração mostraram similaridade entre as variáveis experimentais e o grupo controle. Isso pode indicar que a reação do ácido glicólico com a superfície dentinária independe da concentração molecular e tempo de reação na resistência adesiva à resina composta.

De modo ideal, os agentes de condicionamento ácido devem ser biocompatíveis e induzir poucas alterações no conteúdo e nas propriedades do esmalte e da dentina, além de possuir o potencial para promover uma adesão estável e de longa duração (VIDAL *et al.*, 2021). Um estudo com microscopia eletrônica de varredura (CECCHIN *et al.*, 2018) revelou um padrão de condicionamento semelhante da dentina tratada com ácido glicólico e ácido fosfórico, porém, aparentemente, a camada híbrida do ácido glicólico foi mais fina, demonstrando uma menor desmineralização dentinária. Além disso, foi observada uma resistência de



união semelhante entre o grupo controle com ácido fosfórico a 35% aplicado por 15s e o ácido glicólico a 35% aplicado a 15s, utilizando o mesmo protocolo de condicionamento do presente estudo.

Por outro lado, o grupo de AG 35% aplicado por 15 segundos apresentou maior módulo de Weibull do que o grupo controle, indicando uma menor variabilidade dos dados de resistência de união e maior previsibilidade do tratamento. Segundo TREVELIN *et al.* (2019) e VIDAL *et al.* (2021), a desmineralização superficial promovida pelo AG, em comparação com AF, não compromete o desempenho de união à dentina. Os resultados da pesquisa indicam que o uso de AG pode ser favorável para ligações dentinárias previsíveis e estáveis.

A segunda hipótese do estudo também foi aceita, já que a concentração e tempo de aplicação do ácido glicólico na dentina não influenciaram a resistência de união à resina composta. Entretanto, o grupo AG 35% - 15 s apresentou maior valor de módulo de Weibull do que os demais grupos, sendo similar a AG 20% - 15 s, AG 70% - 15 s e AG 70% - 30 s. Portanto, sugere-se que o tempo de condicionamento ácido de 15 segundos seria o mais indicado para o tratamento da dentina, independente da concentração do ácido glicólico. Esse tempo é adequado para a aplicação clínica e parece ser capaz de produzir uma interface mais homogênea, com menor variação nos valores de resistência de união.

O tempo de condicionamento imediato resulta em maior dispersão dos dados, o que leva a falhas precoces com baixos valores de resistência de união, independente da concentração do ácido glicólico, como demonstrados nas Figuras 14 e 15. Essa avaliação de remoção imediata foi realizada a fim de buscar uma alternativa clinica mais simples e rápida. Porém, o tempo reduzido de contato com o AG com a dentina não parece

ser adequado para produzir um tratamento de superfície homogêneo, o que pode explicar a grande variabilidade nos dados.

As três concentrações de ácido glicólico avaliadas, 20%, 35% e 70%, alcançaram valores de resistência de união similares ao grupo controle com ácido fosfórico a 35%, com pequenas diferenças entre si relacionadas à combinação concentração/tempo. Nesse caso, a combinação de AG 70% com aplicação imediata parece ser a menos favorável, pois obteve baixo módulo de Weibull e resistência característica inferior ao grupo AG 20% - 15 s. As falhas adesivas foram observadas com maior frequência para o grupo AG 70% com aplicação imediata, o que pode indicar uma relação desfavorável dessa opção de condicionante para aderir compósitos resinosos à dentina.

A falha mista foi observada com maior frequência nos grupos experimentais e a falha coesiva foi mais frequente para o grupo controle. Isso pode indicar um padrão de falha heterogêneo para a dentina condicionada com ácido glicólico, o que está de acordo com a maior amplitude dos valores de resistência de união encontrada nos grupos experimentais.

Considerando a similaridade nos valores de resistência de união para os diferentes grupos experimentais, pode-se selecionar o melhor tratamento de superfície utilizando outros parâmetros, como o módulo de Weibull, que é um indicativo da previsibilidade do tratamento restaurador, e o tempo dispendido no protocolo adesivo, sendo desejável tempos clínicos mais curtos e eficientes. Assim, dentro das limitações do estudo, pode-se indicar para o uso clínico o AG na concentração de 35% por 15 s.

Uma limitação que deve ser considerada é a falta do envelhecimento dos CPs, o que poderia trazer informações da estabilidade

da interface adesiva a longo prazo. Desta forma sugerem-se novos estudos com envelhecimento das amostras e também análises que permitam avaliar a profundidade de desmineralização da superfície da dentina e qualidade da camada híbrida após os diferentes tratamentos de superfície.

## 7. CONCLUSÕES

O condicionamento ácido da dentina com ácido glicólico nas diferentes concentrações e tempos resultaram em resistência de união à resina composta similar ao tratamento controle com ácido fosfórico. A concentração e tempo de aplicação do ácido glicólico na dentina não influenciaram a resistência de união à resina composta. Entretanto, o uso do ácido glicólico na concentração de 35% por 15 segundos resultou em menor dispersão dos dados de resistência, indicando uma maior previsibilidade do tratamento restaurador.

## REFERÊNCIAS

- ANDERSEN, F.A. *FINAL REPORT ON THE SAFETY ASSESSMENT OF*. [S.l: s.n.], 1998.
- BABILAS, P.; KNIE, U.; ABELS, C. Kosmetische und dermatologische Anwendung von Alpha-Hydroxysäuren. *JDDG - J. Ger. Soc. Dermatology*, v. 10, n. 7, p. 488–491, jul. 2012.
- BALOOCH, M.; HABELITZ, S.; KINNEY, J.H.; MARSHALL, S.J.; MARSHALL, G.W. Mechanical properties of mineralized collagen fibrils as influenced by demineralization. *J. Struct. Biol.*, v. 162, n. 3, p. 404–410, jun. 2008.
- BARCELLOS, D.P.D.C.; FARINA, A.P.; BARCELLOS, R.; SOUZA, M.A.; BORBA, M.; BEDRAN-RUSSO, A.K.; BELLO, Y.D.; PIMENTA VIDAL, C.D.M.; CECCHIN, D. Effect of a new irrigant solution containing glycolic acid on smear layer removal and chemical/mechanical properties of dentin. *Sci. Rep.*, v. 10, n. 1, 1 dez. 2020.
- BEDRAN-RUSSO, A.K.B.; PEREIRA, P.N.R.; DUARTE, W.R.; OKUYAMA, K.; YAMAUCHI, M. Removal of dentin matrix proteoglycans by trypsin digestion and its effect on dentin bonding. *J. Biomed. Mater. Res. - Part B Appl. Biomater.*, v. 85, n. 1, p. 261–266, abr. 2008.
- BERNSTEIN, E.F.; LEE, J.; BROWN, D.B.; YU, R.; SCOTT, E. Van. *Glycolic Acid Treatment Increases Type I Collagen mRNA and Hyaluronic Acid Content of Human Skin*. • *Dermatol Surg.* [S.l: s.n.], 2001.

BUONOCORE, M.G.; MATSUI, A.; GWINNET~, A.J. *PENETRATION OF RESIN DENTAL MATERIALS INTO ENAMEL SURFACES WITH REFERENCE TO BONDING*. *Arch oral Biol*. [S.l: s.n.], 1968.

CARDOSO, M. V.; DE ALMEIDA NEVES, A.; MINE, A.; COUTINHO, E.; VAN LANDUYT, K.; DE MUNCK, J.; VAN MEERBEEK, B. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust. Dent. J.*, v. 56, n. SUPPL. 1, p. 31–44, jun. 2011.

CECCHIN, D.; FARINA, A.P.; VIDAL, C.M.P.; BEDRAN-RUSSO, A.K. A novel enamel and dentin etching protocol using  $\alpha$ -hydroxy glycolic acid: Surface property, etching pattern, and bond strength studies. *Oper. Dent.*, v. 43, n. 1, p. 101–110, 1 jan. 2018.

CHANGQI XU, Y.W. Collagen Cross-linking Increases Its Biodegradation Resistance in Wet Dentin Bonding. *J. Adhes. Dent.*, v. 14, n. 1, p. 11–18, 2014.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K.J.; MECHOLSKY, J.J. Apparent interfacial fracture toughness of resin/ceramic systems. *J. Dent. Res.*, v. 85, n. 11, p. 1037–41, nov. 2006. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/17062746>>.

DURIGON, M.; CECCHIN, D.; DE CARLI, J.P.; SOUZA, M.A.; FARINA, A.P. Could calcium hypochlorite and grape seed extract keep the mechanical properties of root dentin and fracture resistance of weakened roots? *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, v. 106, 1 jun. 2020.

ELIADES, G.; PALAGHIAS, G.; VOUGIOUKLAKIS, G. *Effect of acidic conditioners on dentin morphology, molecular composition and collagen conformation in situ*. *Dent Mater*. [S.l: s.n.], 1997.

FARIAS, D.C.S.; CALDEIRA DE ANDRADA, M.A.; BOUSHELL,

L.W.; WALTER, R. Assessment of the initial and aged dentin bond strength of universal adhesives. *Int. J. Adhes. Adhes.*, v. 70, p. 53–61, 1 out. 2016.

HOWARD MURAD; AVA T. SHAMBAN. Haward Murad - The use of glycolic acid as a peeling agent. *Dermatol. Clin.*, v. 13, n. 2, p. 285–307, 1995.

HU, L.; XIAO, Y.H.; FANG, M.; GAO, Y.; HUANG, L.; JIA, A.Q.; CHEN, J.H. Effects of type I collagen degradation on the durability of three adhesive systems in the early phase of dentin bonding. *PLoS One*, v. 10, n. 2, 17 fev. 2015.

HUANG, B.; CVITKOVITCH, D.G.; SANTERRE, J.P.; FINER, Y. Biodegradation of resin–dentin interfaces is dependent on the restorative material, mode of adhesion, esterase or MMP inhibition. *Dent. Mater.*, v. 34, n. 9, p. 1253–1262, 1 set. 2018.

KIM, S.J.; PARK, J.H.; KIM, D.H.; WON, Y.H.; MAIBACH, H.I. Increased in vivo collagen synthesis and in vitro cell proliferative effect of glycolic acid. *Dermatologic Surg.*, v. 24, n. 10, p. 1054–1058, 1998.

PASHLEY, D. H.; TAY, F.R.; YIU, C.; HASHIMOTO, M.; BRESCHI, L.; CARVALHO, R.M.; ITO, S. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J. Dent. Res.*, v. 83, n. 3, p. 216–221, mar. 2004. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/14981122>>.

PASHLEY, David H.; TAY, F.R.; BRESCHI, L.; TJÄDERHANE, L.; CARVALHO, R.M.; CARRILHO, M.; TEZVERGIL-MUTLUAY, A. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent. Mater.*, v. 27, n. 1, p. 1–16, jan. 2011.

SANTINI, A.; MILETIC, V. *Quantitative micro-Raman assessment of dentine demineralization, adhesive penetration, and degree of*

*conversion of three dentine bonding systems. Eur J Oral Sci Eur. J. Oral Sci.* [S.l.: s.n.], 2008.

SHINCHI, M.J.; SOMA, K.; NAKABAYASHI, N. The effect of phosphoric acid concentration on resin tag length and bond strength of a photo-cured resin to acid-etched enamel. *Dent. Mater.*, v. 16, n. 5, p. 324–329, 2000.

SOFAN, E.; SOFAN, A.; PALAIA, G.; TENORE, G.; ROMEO, U.; MIGLIAU, G. Classification review of dental adhesive systems: from the IV generation to the universal type. *Ann. Stomatol. (Roma)*, v. 8, n. 1, p. 1–17, 2017. Disponível em:

<<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/28736601>>.

TANG, S.C.; YANG, J.H. *Dual effects of alpha-hydroxy acids on the skin. Molecules.* [S.l.]: MDPI AG. , 2018

TEZVERGIL-MUTLUAY, A.; MUTLUAY, M.; SESEOGULLARI-DIRIHAN, R.; AGEE, K.A.; KEY, W.O.; SCHEFFEL, D.L.S.;

BRESCHI, L.; MAZZONI, A.; TJÄDERHANE, L.; NISHITANI, Y.;

TAY, F.R.; PASHLEY, D.H. Effect of phosphoric acid on the degradation of human dentin matrix. *J. Dent. Res.*, v. 92, n. 1, p. 87–91, jan. 2013.

TREVELIN, L.T.; VILLANUEVA, J.; ZAMPERINI, C.A.; MATHEW, M.T.; MATOS, A.B.; BEDRAN-RUSSO, A.K. Investigation of five  $\alpha$ -hydroxy acids for enamel and dentin etching: Demineralization depth, resin adhesion and dentin enzymatic activity. *Dent. Mater.*, v. 35, n. 6, p. 900–908, 1 jun. 2019.

TUNG, R.C.; BERGFELD, W.F.; VIDIMOS, A.T.; REMZI, B.K.  $\alpha$ -Hydroxy Acid-Based Cosmetic Procedures. *Am. J. Clin. Dermatol.*, v. 1, n. 2, p. 81–88, 2000.



VALLE-GONZÁLEZ, E.R.; JACKMAN, J.A.; YOON, B.K.;  
MOKRZECKA, N.; CHO, N.J. pH-Dependent Antibacterial Activity of  
Glycolic Acid: Implications for Anti-Acne Formulations. *Sci. Rep.*, v.  
10, n. 1, 1 dez. 2020.

VIDAL, C. de M.P.; LAROY, C.; CHAGAS TOLEDO, D.; DA MATA  
ALMEIDA, L.; QIAN, F.; HILGERT, L.A.; BEDRAN-RUSSO, A.K.  
Hydroxy acids for adhesion to enamel and dentin: Long-term bonding  
performance and effect on dentin biostability. *J. Dent.*, v. 107, 1 abr.  
2021.

ZHOU, Y.; MATIN, K.; SHIMADA, Y.; WANG, G.; SADR, A.;  
TAGAMI, J. Detection and analysis of early degradation at resin-dentin  
interface by optical coherence tomography (OCT) and confocal laser  
scanning microscope (CLSM). *J. Dent.*, v. 106, 1 mar. 2021.

# ANEXO I

UNIVERSIDADE DE PASSO  
FUNDO/ VICE-REITORIA DE  
PESQUISA E PÓS-  
GRADUAÇÃO - VRPPG/ UPF



## PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** Efeito do tempo e concentração do ácido glicólico na resistência de união à dentina.

**Pesquisador:** Márcia Borba

**Área Temática:**

**Versão:** 1

**CAAE:** 59541422.0.0000.5342

**Instituição Proponente:** Universidade de Passo Fundo/Vice-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 5.501.590

#### Apresentação do Projeto:

Informações retiradas das informações básicas do projeto.

#### Resumo:

O objetivo desse estudo in vitro será avaliar a resistência de união entre dentina e resina composta após condicionamento com ácido glicólico com diferentes concentrações e por diferentes tempos. Serão usados 65 molares humanos, onde o esmalte da face oclusal será totalmente removido através de lixas de carbetto de silício. Após a regularização da dentina, os dentes serão distribuídos aleatoriamente em 13 grupos (n=5), tratados

com ácido glicólico nas concentrações 20%, 35%, 50% e 70%, por diferentes períodos de tempo (remoção imediata, 15 s, 30 s), além de um grupo controle tratado com ácido fosfórico 35% por 15 s. Seguirá a aplicação do sistema adesivo sobre a superfície da dentina condicionada e construção de um bloco de resina composta. Os dentes serão seccionadas em cortadeira metalográfica sob refrigeração, obtendo-se corpos de prova (CPs) na forma de palitos com 1 mm<sup>2</sup> de área de seção transversal. Os CPs serão submetidos ao teste de microtração (0,5 mm/min) em máquina de ensaio universal. A força (N) no momento da falha será registrada e a resistência de união (σ) calculada (MPa). O modo de falha será analisado em microscopia óptica e classificado em: coesiva, mista ou adesiva. Os dados de microtração serão analisados estatisticamente com ANOVA com nível de significância de 5%.

**Endereço:** BR 285- Km 292 Campus I - Centro Administrativo/Reitoria 4 andar  
**Bairro:** São José **CEP:** 99.052-900  
**UF:** RS **Município:** PASSO FUNDO  
**Telefone:** (54)3316-8157 **E-mail:** cep@upf.br

Continuação do Parecer: 5.501.590

**Objetivo da Pesquisa:**

**Objetivo Primário:**

Comparar a resistência de união entre dentina e resina composta em dentes condicionados com ácido fosfórico (35%) por 15 segundos, e com ácido glicólico em diferentes concentrações (20%, 35%, 50% e 70%) com diferentes tempos de exposição (remoção imediata, 15 s e 30 s).

**Avaliação dos Riscos e Benefícios:**

**Riscos:**

Os riscos são mínimos porque os dentes humanos serão obtidos de um Biobanco.

**Benefícios:**

O desenvolvimento de uma nova substância para o tratamento da dentina para a adesão pode aumentar a longevidade das restaurações de resina composta.

**Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:**

A pesquisa utilizará dentes humanos oriundos do Biobanco da Faculdade de Odontologia, e será utilizado diferentes protocolos para comparar a resistência de união entre dentina e resina composta em dentes condicionados com ácido fosfórico (35%) e com ácido glicólico em diferentes concentrações (20%, 35%, 50% e 70%) com diferentes tempos de exposição.

**Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:**

Todos os termos obrigatórios foram apresentados.

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

Não há pendências.

**Considerações Finais a critério do CEP:**

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMACOES_BASICAS_DO_PROJETO_1983849.pdf	10/06/2022 15:36:53		Aceito
Declaração de Manuseio Material Biológico / Biorepositório / Biobanco	cartaBiobanco.pdf	10/06/2022 15:36:04	Marcia Borba	Aceito
Folha de Rosto	folharosto.PDF	10/06/2022 09:31:39	Marcia Borba	Aceito

Endereço: BR 285- Km 292 Campus I - Centro Administrativo/Reitoria 4 andar  
Bairro: São José CEP: 99.052-900  
UF: RS Município: PASSO FUNDO  
Telefone: (54)33316-8157 E-mail: cep@upf.br

UNIVERSIDADE DE PASSO  
FUNDO/ VICE-REITORIA DE  
PESQUISA E PÓS-  
GRADUAÇÃO - VRPPG/ UPF



Continuação do Parecer: 5.501.590

Declaração de Instituição e Infraestrutura	infraestrutura.PDF	10/06/2022 09:31:09	Marcia Borba	Aceito
Declaração de Pesquisadores	Declaracaopesq.pdf	08/06/2022 20:45:10	Márcia Borba	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	ProjetoAlencar.pdf	08/06/2022 20:37:28	Márcia Borba	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

PASSO FUNDO, 30 de Junho de 2022

---

Assinado por:  
Felipe Cittolin Abal  
(Coordenador(a))

## **ARTIGO A SER SUBMETIDO**

---

Journal of Operative Dentistry

# **EFEITO DO TEMPO E CONCENTRAÇÃO DO ÁCIDO GLICÓLICO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA**

Autores: Alencar Kuhn, Aline B. Deconto, Ulysses Lenz, Ana Paula Farina, Marcia Borba

Afiliação: Universidade de Passo Fundo

Declaração de relevância clínica: alternativa na busca pela diminuição da deterioração das fibras colágenas da dentina, promovendo uma maior estabilidade da camada híbrida. Um substituto com propriedades biomecânicas mais favoráveis que o ácido fosfórico.

### **Resumo**

**Objetivo:** avaliar a resistência de união entre a dentina e a resina composta, após o tratamento com ácido glicólico (AG) em diferentes concentrações e períodos de tempo. **Métodos:** O estudo foi aprovado pelo CEP (n. 5.501.590). Foram selecionados 50 dentes molares humanos, nos quais o esmalte da superfície oclusal foi removido. Os dentes foram separados aleatoriamente em 10 grupos (n=5): tratados com AG nas concentrações de 20%, 35% e 70% e três tempos de aplicação, remoção imediata, 15 s e 30 s. O grupo controle foi tratado com ácido fosfórico (AF) 35% por 15 s. Em seguida, o sistema adesivo foi aplicado sobre a

superfície da dentina, fotoativado e foi confeccionado um bloco de resina composta pela técnica incremental. Os dentes foram seccionados utilizando uma cortadeira metalográfica para originar corpos-de-prova (CP) em forma de palitos com uma área de 1 mm<sup>2</sup>. Os CPs foram submetidos ao teste de microtração em uma máquina de ensaio universal (0,5 mm/min). Os dados de resistência de união foram avaliados com teste de Kruskal- Wallis e Dunn ( $\alpha=0,05$ ). Também foram analisados com análise de Weibull de dois parâmetros ( $\sigma_0$  – resistência característica; m – módulo de Weibull). Resultados: Os valores de resistência de união foram estatisticamente semelhantes entre os grupos experimentais ( $p=0,085$ ). Os grupos tratados com AG apresentaram resistência de união semelhante ao grupo controle (AF35% - 15 s). Na análise de Weibull, o grupo AG 35% - 15 s apresentou o maior valor de m, semelhante a AG 20% - 15 s, AG 70% - 15 s e AG 70% - 30 s, e superior aos demais grupos. Conclusão: O condicionamento ácido da dentina com ácido glicólico nas diferentes concentrações e tempos resultaram em resistência de união à resina composta semelhante entre si e similar ao tratamento controle com ácido fosfórico. Por outro lado, o uso do AG 35% por 15 s resultou em menor dispersão dos dados de resistência, indicando uma maior previsibilidade do tratamento restaurador.

Palavras-chave: Adesivos Dentinários; Adesividade; Condicionamento Ácido do Dente; Dentina; Hidroxiácidos

## **Introdução**

A adesão de materiais restauradores à estrutura do dente revolucionou a abordagem do tratamento odontológico, tornando as

resinas compostas os materiais mais populares na odontologia. As resinas compostas são essenciais para muitos procedimentos odontológicos, especialmente por suas boas propriedades mecânica, qualidade estética, características de manuseio e capacidade de adesão à estrutura dental.<sup>1</sup>

Durante os procedimentos adesivos com condicionamento ácido, a dentina é parcialmente desmineralizada, assim, a matriz orgânica fica exposta. Monômeros hidrofílicos e resinas adesivas infiltram a matriz dentinária desmineralizada e os túbulos dentinários, e quando polimerizados in situ, formam uma camada impregnada de resina, chamada de camada híbrida.<sup>2</sup> A integridade dessa interface adesiva pode tornar-se comprometida com o tempo devido a vários processos, incluindo vedação adesiva incompleta combinada com o efeito de fatores biológicos de degradação. Um dos principais fatores biológicos é a digestão das fibrilas de colágeno por metaloproteinase da matriz dentinária (MMPs).<sup>3</sup>

O ácido fosfórico é usado quase exclusivamente no condicionamento dos tecidos duros dentais. Estudos mostram sua influência nas metaloproteinases da matriz de dentina<sup>4</sup> bem como sua influência na atividade da desnaturação das proteases dentinárias,<sup>5</sup> e na degradação das fibras colágenas expostas pelo condicionamento.<sup>6</sup> No momento que ocorre o condicionamento da dentina utilizando o ácido fosfórico 35% ocorre uma desmineralização excessiva de 5 µm a 8 µm, expondo as fibras colágenas até esta profundidade. Além disso, a infiltração total do colágeno exposto pela resina adesiva após o tratamento da dentina com ácido fosfórico é limitada.<sup>7</sup> Outros estudos já demonstraram que a profundidade de desmineralização do ácido fosfórico é maior do que a penetração dos adesivos, deixando fibras colágenas expostas.<sup>8</sup> A degradação da matriz de colágeno está diretamente

relacionada com a deterioração da interface dentina-adesivo, principal responsável pela falha nas restaurações ao longo do tempo.<sup>9</sup>

Desta forma se faz necessária a busca por novo condicionador dental que provoque uma desmineralização menor e mais controlada da dentina, que seja menos agressivo, biocompatível com as estruturas orgânicas, aumentando a qualidade e durabilidade das restaurações dentais. Nesse sentido, estão sendo realizados estudos com os alfa-hidroxiácidos (AHAs), que são uma classe de compostos químicos frequentemente usados em cosméticos e dermatologia. Os AHAs são ácidos orgânicos que consistem em um grupo carboxílico substituído por um grupo hidroxila no carbono adjacente. Os AHAs podem ocorrer naturalmente como componentes ácidos de muitas substâncias botânicas, como frutas.<sup>10</sup> Dentre eles, o ácido glicólico é o menor alfa-hidroxiácido e amplamente utilizado em aplicações para a pele,<sup>11</sup> por sua capacidade de aumentar a síntese de colágeno.<sup>12</sup> O ácido glicólico esta naturalmente presente na cana de açúcar, não é toxico e é hidrossolúvel.<sup>13,14</sup>

Estudos mostram resultados na resistência de união semelhantes do ácido glicólico e do ácido fosfórico nos tecidos duros, como esmalte e dentina, na concentração de 35%,<sup>15</sup> mas interferindo menos no colágeno dentinário.<sup>16</sup> Ácido glicólico também mostrou resultados melhores ou semelhantes que o ácido fosfórico na microdureza do esmalte e rugosidade da dentina e uma desmineralização mais rasa, com maior estabilidade da dentina em comparação ao ácido fosfórico.<sup>1</sup> Por essas características, se mostra uma substância alternativa promissora para promover o condicionamento ácido dos substratos dentinários para a adesão. Portanto, o objetivo desse estudo é avaliar a resistência de união entre dentina e resina composta em dentes condicionados com ácido fosfórico (35%) por



15 segundos, e com ácido glicólico em diferentes concentrações (20%, 35% e 70%) e tempos de exposição (remoção imediata, 15 s e 30 s).

## **Materiais e Métodos**

### Preparo dos Dentes

Foram coletados 50 molares superiores e inferiores imediatamente após exodontia e armazenados em recipiente de vidro hermeticamente fechado, que foi congelado imediatamente. Os dentes foram limpos com curetas de Gracey Duflex 7/8, 11/12 e 13/14 (SS White, Rio de Janeiro, R.J, Brasil) e foram inspecionados a procura de cáries, trincas ou defeitos estruturais para não comprometer a pesquisa. Após a inspeção, foram armazenados por até 6 meses em freezer com temperatura de -17°C antes dos procedimentos laboratoriais.

Todos os dentes, primeiramente, tiveram a porção radicular removida com um disco de diamante (102 mm de diâmetro por 0,3 mm de espessura; Buehler, modelo 11 – 4253, série 15 LC, Lake Bluff, ILL 6004, EUA) em máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Lake Forest, IL, EUA) com velocidade de 250 rpm e 50 g de peso, sob refrigeração com água. Após, foram desgastados com lixas de carbetto de silício (3M, 3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil) com granulação #180 e #320, em uma politriz com irrigação, para a remoção total do esmalte (sem expor os cornos pulpares) e regularização da superfície da dentina, respectivamente. No mesmo dia da confecção das restaurações, a dentina média-coronal foi desgastada com lixa #600 por 20 s (70 rpm) para padronização da smear layer. Os dentes foram distribuídos aleatoriamente em 10 grupos (5 dentes por grupo), de acordo com o tipo de tratamento de superfície (Figura 1).

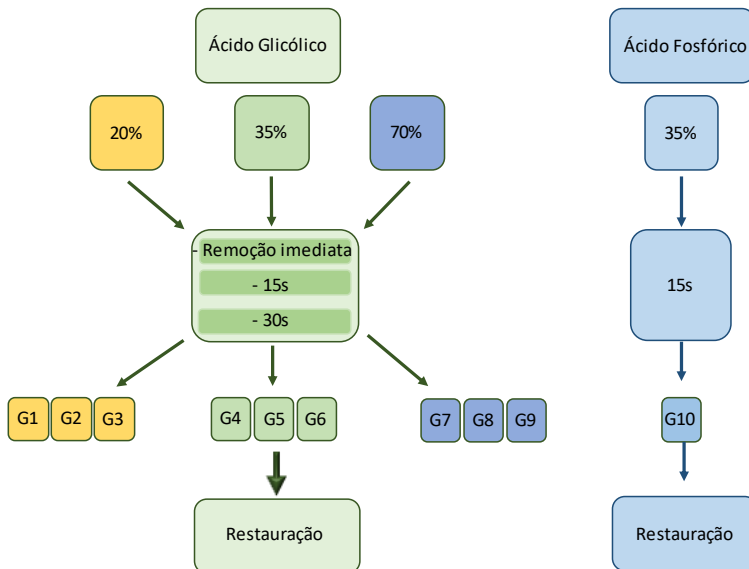


Figura 1. Grupos experimentais.

### Tratamento de Superfície e Confecção das Restaurações

O condicionamento das superfícies foi feito com aplicação do ácido diretamente sobre a superfície de dentina utilizando seringas. Foi usado ácido fosfórico a 35% Ultra-Eatch (Ultradent, USA) para o grupo controle, e ácido glicólico manipulado (Natu Pharma, Passo Fundo, BR) com diferentes concentrações e tempos de exposição, de acordo com a Figura 1. O ácido foi lavado com água durante 10 s e aplicado adesivo Adapter Single Bond 2 (3M ESPE) com o seguinte protocolo:

a) com a superfície da dentina molhada (lâmina de água presente na superfície) foi despejada uma gota do adesivo e friccionado com micro-brush por 20s até evaporação do solvente;

b) uma segunda gota do adesivo foi despejada e friccionada por 20 s;

c) o excesso do adesivo foi removido com jatos de ar até não se observar movimentação do mesmo na superfície (aproximadamente 50 segundos);

d) o adesivo foi fotoativado com LED, com potência de 1050 mW/cm<sup>2</sup> (Emitter G, Schuster, Brasil) por 20 s.

Após aplicação do adesivo, três camadas de 2 mm de resina composta (Z250, 3M, cor A1) foram aplicadas, sendo feita fotoativação com LED, por 20 s, a cada camada inserida, totalizando 6 mm de espessura de resina composta.

#### Obtenção dos corpos-de-prova (CPs)

Os dentes restaurados foram armazenados em água destilada por, pelo menos, 24 h antes da obtenção dos CPs pela técnica de non-trimming ou não recortado <sup>17</sup>. Após, as coroas restauradas foram seccionadas verticalmente com um disco de diamante (102 mm de diâmetro por 0,3 mm de espessura; Buehler, modelo 11 – 4253, série 15 LC, Lake Bluff, ILL 6004, USA) em máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Lake Forest, IL, USA) com velocidade de 250 rpm e 50 g de peso, sob refrigeração com água. Os CPs em forma de palito tiveram uma área de secção transversal de aproximadamente 1 mm<sup>2</sup>.

Cada CP foi armazenado individualmente em água destilada, por até 07 dias, a 37°C até o momento dos testes. A área da secção transversal de cada CP foi mensurada com paquímetro digital. Foi obtido de cada dente uma média de 8 CPs para ensaio de microtração.

### Ensaio de Microtração

Os CPs foram fixados nos dispositivos de microtração com cianoacrilato GEL (Superbonder, Henkel Loctite). Foi utilizada uma máquina de ensaio universal (EMIC DL 2000) com velocidade de 0,5 mm/min até a falha (Figura 2). Os valores de força (F - N) foram obtidos e divididos pela área (A - mm) da secção transversal de cada CP para calcular a resistência de união ( $\sigma$  - MPa):

$$\sigma = F/A$$

A superfície de fratura dos CPs foi analisada com microscopia óptica e o tipo de falha foi classificado como: coesiva, mista ou adesiva.



Figura 2. CPs após teste de microtração

### Análise Estatística

Os dados de resistência de união não passaram no teste de Normalidade de Shapiro-Wilk ( $p < 0,05$ ) e foram analisados com teste de Kruskal-Wallis ( $\alpha = 0,05$ ).

Os dados de resistência de união também foram analisados com análise de Weibull de dois parâmetros ( $\sigma_0$  – resistência característica;  $m$  – módulo de Weibull). Os intervalos de confiança de 90% para os parâmetros de Weibull foram calculados pelo método da Razão da Verossimilhança. A análise estatística foi realizada com um software de confiabilidade (Weibull++, Reliasoft).

## Resultados

Os dados de resistência de união estão apresentados na Tabela 1. Os valores de resistência de união foram estatisticamente semelhantes entre os grupos experimentais ( $p=0,085$ ). Os grupos tratados com AG apresentaram resistência de união semelhante ao grupo controle (AF35% - 15 s). Não foi observado efeito da concentração e tempo de aplicação do AG na resistência de união da resina à dentina. Por outro lado, o grupo tratado com AG 35% - 15 s apresentou menor amplitude dos dados de resistência, indicando menor variabilidade.

Tabela 1. Dados de resistência de união (MPa) para os grupos experimentais.

<b>Grupo</b>	<b>n</b>	<b>Mediana*</b>	<b>Q<sub>1</sub></b>	<b>Q<sub>3</sub></b>	<b>Amplitude</b>
AF35%-15s	39	37.48 a	21.36	48.16	86.37
AG20%-I	31	25.66 a	15.90	38.57	65.14
AG20%-15s	40	37.08 a	28.60	49.04	90.52
AG20%-30s	34	33.14 a	22.77	56.61	85.43
AG35%-I	35	31.62 a	18.59	44.44	86.61
AG35%-15s	34	34.75 a	26.67	41.67	45.26

AG35%-30s	29	40.62 a	19.34	55.79	68.35
AG70%-I	41	29.90 a	11.73	40.43	86.30
AG70%-15s	31	29.90 a	18.82	37.14	60.34
AG70%-30s	40	32.55 a	25.98	40.43	68.75

\*Medianas seguidas por letras iguais são estatisticamente semelhantes ( $p > 0,05$ )

Os dados da análise de Weibull se encontram na Tabela 2 e nas Figuras 3 e 4. Não houve diferença estatística para resistência característica ( $\sigma_0$  – resistência de união para uma probabilidade de falha de 63.2%) entre os grupos experimentais, já que os intervalos de confiança de 90% (IC 90%) se sobrepõem, com exceção do grupo AG 70% - I que obteve valores menores do que AG 20% - 15 s. O grupo AG 35% - 15 s apresentou o maior valor de módulo de Weibull (m), semelhante a AG 20% - 15 s, AG 70% - 15 s e AG 70% - 30 s, e superior aos demais grupos. Maiores valores de m indicam menor dispersão dos dados de resistência de união.

Tabela 2. Resistência característica ( $\sigma_0$ ) e módulo de Weibull (m), com os respectivos intervalos de confiança de 90% (90% IC) para os grupos experimentais.

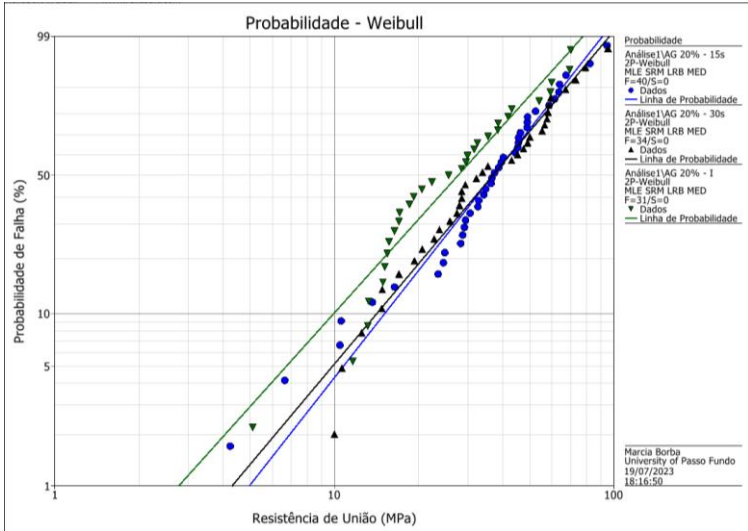
<b>Grupo</b>	$\sigma_0^*$	$\sigma_0 - 90\% \text{ IC}$	<b>m*</b>	<b>m - 90% IC</b>
AF 35% -15 s	44,0 ab	38,1; 50,6	2,0 b	1,6; 2,4
AG 20% - I	33,8 ab	28,3; 40,1	1,8 b	1,5; 2,3
AG 20% - 15 s	44,1 a	38,5; 50,2	2,1 ab	1,7; 2,6
AG 20% - 30 s	44,4 ab	37,9; 51,7	2,0 b	1,6; 2,4
AG 35% - I	39,1 ab	32,6; 46,5	1,7 b	1,3; 2,1
AG 35% - 15 s	37,7 ab	34,2; 41,3	3,3 a	2,6; 4,0

AG 35% - 30 s	43,9 ab	36,9; 51,7	2,0 b	1,5; 2,5
AG 70% - I	32,3 b	27,1; 38,1	1,6 b	1,3; 2,0
AG 70% - 15 s	33,9 ab	29,3; 38,9	2,3 ab	1,8; 2,8
AG 70% - 30 s	38,1 ab	33,8; 42,2	2,5 ab	2,0; 3,0

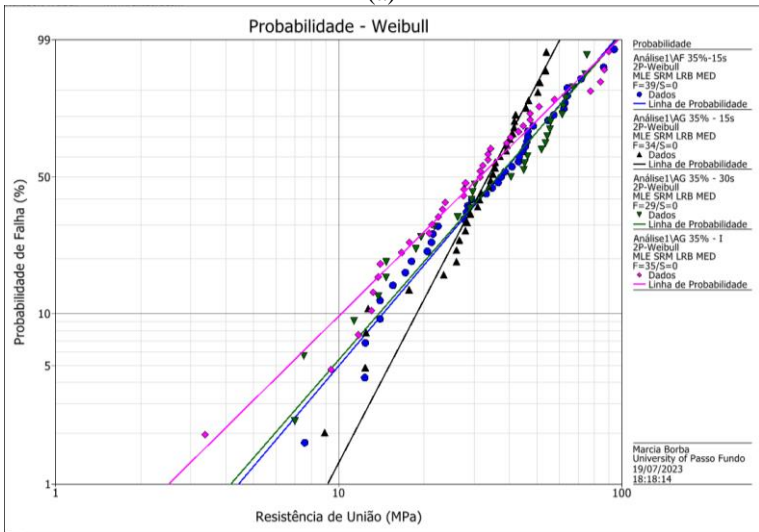
\*Valores seguidos por letras iguais na mesma coluna são estatisticamente semelhantes.

Nos gráficos de Weibull (Figura 3), ao analisar, separadamente, os dados de resistência de união dos diferentes tempos de aplicação para a mesma concentração de ácido, observa-se que o tempo imediato apresenta uma tendência para valores menores de resistência de união e mais dispersos, já que a curva está deslocada para a faixa de valores menores (esquerda) em relação aos demais tempos.

Nas Figuras 3 e 4, também é possível observar que a curva do grupo AG 35% - 15 s é menos inclinada que as demais, devido a menor variabilidade dos dados de resistência de união, o que resulta em maior módulo de Weibull.

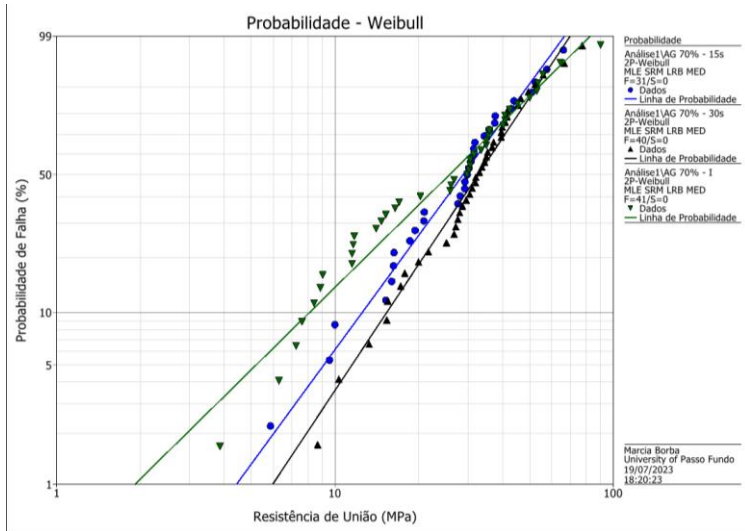


(a)



(b)

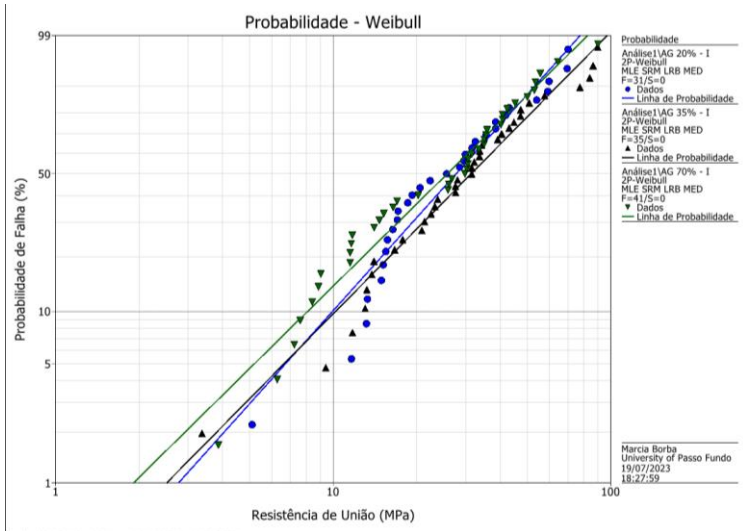




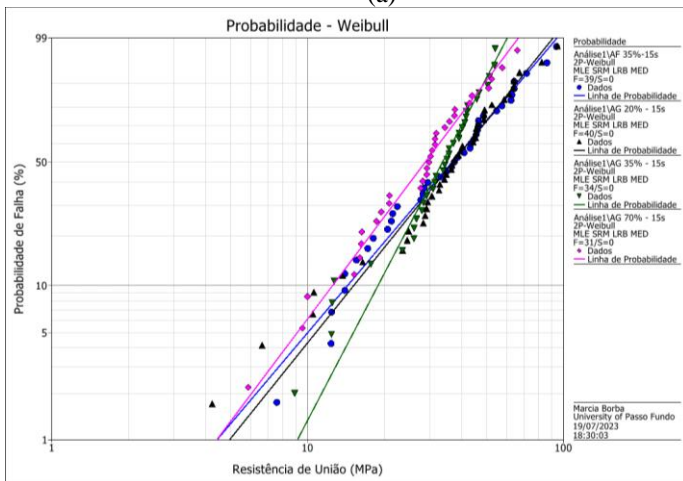
(c)

Figura 3. Gráfico de Weibull com os dados de resistência de união para os grupos experimentais separado pelas concentrações de ácido de (a) 20%, (b) 35% e (c) 70%.

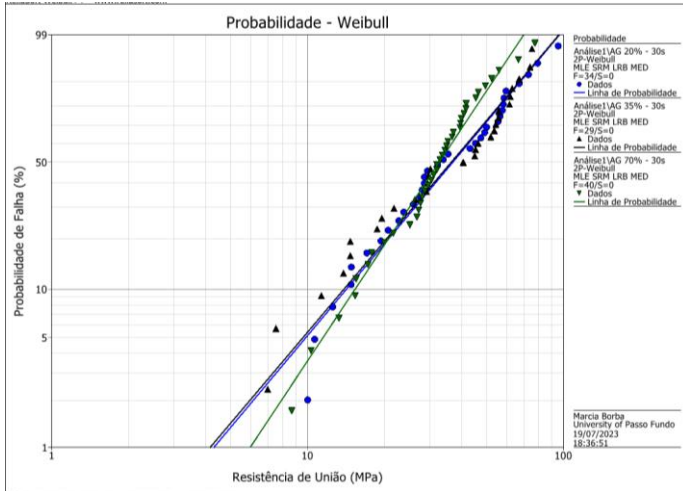
Quando foi analisado, separadamente, os dados de resistência de união das diferentes concentrações de ácido para o mesmo tempo de aplicação, observa-se que a concentração de 70% apresenta uma tendência para valores menores de resistência de união no tempo de aplicação imediato (Figura 4a). Porém, a medida que o tempo de aplicação aumenta para 15 s e 30 s, os valores de resistência de união do grupo 70% ficam mais próximos aos grupos 20% e 35% (Figuras 4b e 4c).



(a)



(b)



(c)

Figura 4. Gráfico de Weibull com os dados de resistência de união para os grupos experimentais separado pelos tempos de aplicação do ácido, sendo (a) imediato, (b) 15 segundos e (c) 30 segundos.

Na Tabela 3, encontra-se a frequência de cada tipo de falha para cada grupo experimental.

Tabela 3. Frequência de cada tipo de falha para os grupos experimentais.

<b>Grupo</b>	<b>Adesiva (%)</b>	<b>Coesiva (%)</b>	<b>Mista (%)</b>
AF 35% -15 s	4,3	78,3	17,4
AG 20% - I	6,5	16,1	77,4
AG 20% - 15 s	5,0	27,5	67,5
AG 20% - 30 s	6,1	18,2	75,8
AG 35% - I	16,0	20,0	64,0
AG 35% - 15 s	5,9	11,8	82,4
AG 35% - 30 s	7,1	21,4	71,4
AG 70% - I	20,5	10,3	69,2
AG 70% - 15 s	6,7	23,3	70,0
AG 70% - 30 s	7,5	27,5	65,0

## **Discussão**

A resistência de união do sistema adesivo tem influência direta na longevidade e qualidade das restaurações e, por isso, deve ser avaliada. No presente estudo, o condicionamento da dentina com ácido glicólico nas diferentes concentrações e tempos resultaram em resistência de união à resina composta similar ao tratamento controle com ácido fosfórico, aceitando a primeira hipótese do estudo.

O uso de AG como uma opção para o condicionamento dentinário surgiu com resultados promissores considerando a degradação dentinária e a potencial estabilidade adesiva a longo prazo.<sup>1,18</sup> Na tentativa de explorar alternativas mais eficientes, diferentes concentrações e tempos

de aplicação foram avaliados no presente estudo. Entretanto, os achados de resistência de união por microtração mostraram similaridade entre as variáveis experimentais e o grupo controle. Isso pode indicar que a reação do ácido glicólico com a superfície dentinária independe da concentração molecular e tempo de reação na resistência adesiva à resina composta.

De modo ideal, os agentes de condicionamento ácido devem ser biocompatíveis e induzir poucas alterações no conteúdo e nas propriedades do esmalte e da dentina, além de possuir o potencial para promover uma adesão estável e de longa duração. Um estudo com microscopia eletrônica de varredura<sup>18</sup> revelou um padrão de condicionamento semelhante da dentina tratada com ácido glicólico e ácido fosfórico, porém, aparentemente, a camada híbrida do ácido glicólico foi mais fina, demonstrando uma menor desmineralização dentinária. Além disso, foi observada uma resistência de união semelhante entre o grupo controle com ácido fosfórico a 35% aplicado por 15s e o ácido glicólico a 35% aplicado a 15s, utilizando o mesmo protocolo de condicionamento do presente estudo.

Por outro lado, o grupo de AG 35% aplicado por 15 segundos apresentou maior módulo de Weibull do que o grupo controle, indicando uma menor variabilidade dos dados de resistência de união e maior previsibilidade do tratamento. Segundo estudos experimentais<sup>1,19</sup> a desmineralização superficial promovida pelo AG, em comparação com AF, não compromete o desempenho de união à dentina. Os resultados da pesquisa indicam que o uso de AG pode ser favorável para ligações dentinárias previsíveis e estáveis.

A segunda hipótese do estudo também foi aceita, já que a concentração e tempo de aplicação do ácido glicólico na dentina não

influenciaram a resistência de união à resina composta. Entretanto, o grupo AG 35% - 15 s apresentou maior valor de módulo de Weibull do que os demais grupos, sendo similar a AG 20% - 15 s, AG 70% - 15 s e AG 70% - 30 s. Portanto, sugere-se que o tempo de condicionamento ácido de 15 segundos seria o mais indicado para o tratamento da dentina, independente da concentração do ácido glicólico. Esse tempo é adequado para a aplicação clínica e parece ser capaz de produzir uma interface mais homogênea, com menor variação nos valores de resistência de união.

O tempo de condicionamento imediato resulta em maior dispersão dos dados, o que leva a falhas precoces com baixos valores de resistência de união, independente da concentração do ácido glicólico, como demonstrados nas Figuras 3 e 4. Essa avaliação de remoção imediata foi realizada a fim de buscar uma alternativa clínica mais simples e rápida. Porém, o tempo reduzido de contato com o AG com a dentina não parece ser adequado para produzir um tratamento de superfície homogêneo, o que pode explicar a grande variabilidade nos dados.

As três concentrações de ácido glicólico avaliadas, 20%, 35% e 70%, alcançaram valores de resistência de união similares ao grupo controle com ácido fosfórico a 35%, com pequenas diferenças entre si relacionadas à combinação concentração/tempo. Nesse caso, a combinação de AG 70% com aplicação imediata parece ser a menos favorável, pois obteve baixo módulo de Weibull e resistência característica inferior ao grupo AG 20% - 15 s. As falhas adesivas foram observadas com maior frequência para o grupo AG 70% com aplicação imediata, o que pode indicar uma relação desfavorável dessa opção de condicionante para aderir compósitos resinosos à dentina.

A falha mista foi observada com maior frequência nos grupos experimentais e a falha coesiva foi mais frequente para o grupo controle. Isso pode indicar um padrão de falha heterogêneo para a dentina condicionada com ácido glicólico, o que está de acordo com a maior amplitude dos valores de resistência de união encontrada nos grupos experimentais.

Considerando a similaridade nos valores de resistência de união para os diferentes grupos experimentais, pode-se selecionar o melhor tratamento de superfície utilizando outros parâmetros, como o módulo de Weibull, que é um indicativo da previsibilidade do tratamento restaurador, e o tempo dispendido no protocolo adesivo, sendo desejável tempos clínicos mais curtos e eficientes. Assim, dentro das limitações do estudo, pode-se indicar para o uso clínico o AG na concentração de 35% por 15 s.

Uma limitação que deve ser considerada é a falta do envelhecimento dos CPs, o que poderia trazer informações da estabilidade da interface adesiva a longo prazo. Desta forma sugerem-se novos estudos com envelhecimento das amostras e também análises que permitam avaliar a profundidade de desmineralização da superfície da dentina e qualidade da camada híbrida após os diferentes tratamentos de superfície.

### Conclusão

O condicionamento ácido da dentina com ácido glicólico nas diferentes concentrações e tempos resultaram em resistência de união à resina composta similar ao tratamento controle com ácido fosfórico. A concentração e tempo de aplicação do ácido glicólico na dentina não influenciaram a resistência de união à resina composta. Entretanto, o uso do ácido glicólico na concentração de 35% por 15 segundos resultou em

menor dispersão dos dados de resistência, indicando uma maior previsibilidade do tratamento restaurador.

## Referências

- Vidal C de MP, LaRoy C, Chagas Toledo D, da Mata Almeida L, Qian F, Hilgert LA, Bedran-Russo AK (2021). Hydroxy acids for adhesion to enamel and dentin: Long-term bonding performance and effect on dentin biostability. *J Dent* 107:103613. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2021.103613>.
2. Bedran-Russo AKB, Pereira PNR, Duarte WR, Okuyama K, Yamauchi M (2008). Removal of dentin matrix proteoglycans by trypsin digestion and its effect on dentin bonding. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater* 85B(1):261–6. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.30944>.
  3. Huang B, Cvitkovitch DG, Santerre JP, Finer Y (2018). Biodegradation of resin–dentin interfaces is dependent on the restorative material, mode of adhesion, esterase or MMP inhibition. *Dent Mater* 34(9):1253–62. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.05.008>.
  4. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay A (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater* 27(1):1–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016>.
  5. Tezvergil-Mutluay A, Mutluay M, Seseogullari-Dirihan R, Agee KA, Key WO, Scheffel DLS, Breschi L, Mazzoni A, Tjäderhane L, Nishitani Y, Tay FR, Pashley DH. Effect of Phosphoric Acid on the Degradation of Human Dentin Matrix. *J Dent Res*



- 92(1):87–91. <https://doi.org/10.1177/0022034512466264>.
6. Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, Ito S (2004). Collagen Degradation by Host-derived Enzymes during Aging. *J Dent Res* 83(3):216–21. <https://doi.org/10.1177/154405910408300306>.
  7. Farias DCS, Caldeira de Andrada MA, Boushell LW, Walter R (2016). Assessment of the initial and aged dentin bond strength of universal adhesives. *Int J Adhes Adhes* 70:53–61. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2016.05.008>.
  8. Santini A, Miletic V (2008). Quantitative micro-Raman assessment of dentine demineralization, adhesive penetration, and degree of conversion of three dentine bonding systems. *Eur J Oral Sci* 116(2):177–83. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.2008.00525.x>.
  9. Hu L, Xiao Y hong, Fang M, Gao Y, Huang L, Jia A qi, Chen J (2015). Effects of Type I Collagen Degradation on the Durability of Three Adhesive Systems in the Early Phase of Dentin Bonding. *PLoS One* 17;10(2):e0116790. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0116790>.
  10. Babilas P, Knie U, Abels C (2012). Cosmetic and dermatologic use of alpha hydroxy acids. *JDDG J der Dtsch Dermatologischen Gesellschaft* 10(7):488–91. <https://doi.org/10.1111/j.1610-0387.2012.07939.x>.
  11. Valle-González ER, Jackman JA, Yoon BK, Mokrzecka N, Cho NJ (2020). pH-Dependent Antibacterial Activity of Glycolic Acid: Implications for Anti-Acne Formulations. *Sci Rep* 10(1):7491. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-64545-9>.

12. Bernstein EF, Lee J, Brown DB, Yu R, Van Scott E (2001). Glycolic Acid Treatment Increases Type I Collagen mRNA and Hyaluronic Acid Content of Human Skin. *Dermatologic Surg* 27(5):429–33. <https://doi.org/10.1046/j.1524-4725.2001.00234.x>.
13. Murad H, Shamban AT, Premo OS (1995). The use of glycolic acid as a peeling agent. *Dermatol Clin* 13(2):285–307. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/7600706>
14. Tang SC, Yang JH. Dual Effects of Alpha-Hydroxy Acids on the Skin (2018). *Molecules* 10;23(4):863. <https://doi.org/10.3390/molecules23040863>.
15. Durigon M, Cecchin D, de Carli JP, Souza MA, Farina AP (2020). Could calcium hypochlorite and grape seed extract keep the mechanical properties of root dentin and fracture resistance of weakened roots? *J Mech Behav Biomed Mater* 106:103736. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.103736>.
16. Barcellos DPDC, Farina AP, Barcellos R, Souza MA, Borba M, Bedran-Russo AK, Bello YD, Pimenta Vidal CDM, Cecchin D (2020). Effect of a new irrigant solution containing glycolic acid on smear layer removal and chemical/mechanical properties of dentin. *Sci Rep* 10(1):7313. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-64450-1>.
17. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ (2006). Apparent interfacial fracture toughness of resin/ceramic systems. *J Dent Res* 85(11):1037–41. <https://doi.org/10.1177/154405910608501112>.
18. Cecchin D, Farina A, Vidal C, Bedran-Russo A (2018). A Novel

Enamel and Dentin Etching Protocol Using  $\alpha$ -hydroxy Glycolic Acid: Surface Property, Etching Pattern, and Bond Strength Studies. *Oper Dent* 43(1):101–10.

<https://doi.org/10.1177/154405910608501112>.

19. Trevelin LT, Villanueva J, Zamperini CA, Mathew MT, Matos AB, Bedran-Russo AK. Investigation of five  $\alpha$ -hydroxy acids for enamel and dentin etching: Demineralization depth, resin adhesion and dentin enzymatic activity. *Dent Mater* 35(6):900–8. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.03.005>.