RESSALVA

Atendendo solicitação do autor, o texto completo desta tese será disponibilizado somente a partir de 03/03/2028.

UNESP - Universidade Estadual Paulista
"Júlio de Mesquita Filho"
Faculdade de Odontologia de Araraquara

Thaís Tamy Watanabe

Avaliação de um agente condicionante experimental à base de ácido glicólico e fosfórico sobre a adesão dentinária imediata e após envelhecimento

Araraquara

2026

UNESP - Universidade Estadual Paulista
"Júlio de Mesquita Filho"
Faculdade de Odontologia de Araraquara

Thaís Tamy Watanabe

Avaliação de um agente condicionante experimental à base de ácido glicólico e fosfórico sobre a adesão dentinária imediata e após envelhecimento

Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia de Araraquara para obtenção do título de Mestre em Ciências Odontológicas, na Área de Dentística.

Orientador: Marcelo Ferrarezi de Andrade

Araraquara

2026

W324a

Watanabe, Thaís Tamy
Avaliação de um agente condicionante experimental à base de ácido glicólico e fosfórico sobre a adesão dentinária imediata e após envelhecimento / Thaís Tamy Watanabe. -- Araraquara, 2026
28 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia, Araraquara
Orientador: Marcelo Ferrarezi de Andrade

1. Condicionamento ácido do dente. 2. Adesivos dentinários. 3. Dentina. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Dados fornecidos pelo autor(a).

Thaís Tamy Watanabe

Avaliação de um agente condicionante experimental à base de ácido glicólico e fosfórico sobre a adesão dentinária imediata e após envelhecimento

Comissão julgadora

Dissertação para obtenção do grau de Mestre em Ciências Odontológicas

Presidente e orientador: Marcelo Ferrarezi de Andrade

2º Examinador: Milton Carlos Kuga

3º Examinador: Joissi Ferrari Zaniboni

Araraquara, 03 de março de 2026.

DADOS CURRICULARES

Thaís Tamy Watanabe

Nascimento: 01 de setembro de 1998 – Araraquara – SP

Filiação: Karine Miyamoto Watanabe e Mauro Iwao Watanabe

2017–2021
Graduação em Odontologia
Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – Universidade de São Paulo (FORP-USP)

2023–2024
Especialização em Dentística
Faculdade Herrero – Araraquara

2024–2026
Mestrado em Ciências Odontológicas – Área de Dentística
Faculdade de Odontologia de Araraquara – Universidade Estadual Paulista (FOAr-Unesp)

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, aos meus pais, Mauro e Karine, por todo o apoio, incentivo e compreensão ao longo dessa trajetória. Ao meu pai, Mauro, cirurgião-dentista, minha profunda gratidão por estar ao meu lado em todas as decisões, acreditando em mim e me apoiando incondicionalmente. Ao seu lado, pude crescer no âmbito clínico, amadurecendo profissionalmente e construindo uma base sólida para minha atuação na Odontologia, é maravilhoso ter o senhor como exemplo de pai e colega de profissão.

À minha mãe, Karine, agradeço por ser meu suporte, pelo incentivo a nunca parar de estudar e por acreditar que o conhecimento é um caminho de crescimento. Seu apoio foi fundamental para que eu seguisse firme ao longo de toda essa jornada acadêmica.

À minha irmã, Mayumi, meu agradecimento por estar sempre presente, por me ouvir em todos os momentos, oferecendo apoio, compreensão e acolhimento mesmo nos dias mais desafiadores.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi, minha sincera gratidão por acreditar no meu potencial, abrir portas e me incentivar não apenas na pesquisa, mas também na docência. Sua confiança foi essencial para que eu desse meus primeiros passos como professora e ampliasse minha visão acadêmica e profissional.

Ao Prof. Dr. Milton Kuga, agradeço imensamente pela oportunidade desde o início, ao me acolher como aluna especial e, posteriormente, como mestranda. Sua confiança e orientação foram determinantes para que eu ingressasse no mestrado e seguisse nesse caminho.

Aos amigos do mestrado, Phelipe, Juju, Julia e Luiza, meu muito obrigada pela companhia, pelo apoio e pela parceria em diversos momentos desafiadores e especiais. A caminhada se tornou mais leve e significativa com vocês ao meu lado.

Aos professores Matheus, Joissi e Mariana, agradeço pela disponibilidade, paciência e generosidade em compartilhar seus conhecimentos, contribuindo de forma valiosa para o desenvolvimento desta pesquisa e para minha formação acadêmica.

Às minhas colegas da Odontologia, Aline e Maju, meu agradecimento pelo acolhimento e pela convivência quando me mudei para Araraquara. Dividir o apartamento com vocês tornou essa fase mais leve, segura e cheia de apoio, fazendo com que eu me sentisse em casa.

À UNESP – FOAr, minha gratidão por ter sido o ponto de partida dessa jornada, proporcionando não apenas o ingresso no mestrado, mas também oportunidades na docência e na participação como palestrante em congresso científico. Foram muitos aprendizados que levarei para a vida toda, com a certeza de que todo o esforço valeu muito a pena.

Watanabe TT. Avaliação de um agente condicionante experimental à base de ácido glicólico e fosfórico sobre a adesão dentinária imediata e após envelhecimento [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2026.

RESUMO

O condicionamento ácido da dentina com ácido fosfórico é amplamente utilizado na técnica adesiva convencional, porém sua elevada agressividade pode resultar em desmineralização excessiva e ativação de metaloproteinases da matriz (MMPs), comprometendo a durabilidade da adesão. Este estudo teve como objetivo desenvolver e avaliar um agente condicionador experimental contendo 50% de ácido glicólico associado a 17% de ácido fosfórico, investigando sua influência na resistência de união à dentina. Dentes bovinos foram seccionados e divididos em quatro grupos experimentais, de acordo com o condicionador e os sistemas adesivos utilizados: FC (fosfórico 37% + Primer & Bond), FU (fosfórico 37% + Universal), GFC (glicólico/fosfórico + Primer & Bond) e GFU (glicólico/fosfórico + Universal). As amostras foram submetidas ao teste de microtração imediatamente e após seis meses de armazenamento em água destilada, com análise estatística por ANOVA e teste de Tukey ($p < 0,05$). Os resultados demonstraram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos, tanto nos valores imediatos quanto após o envelhecimento, indicando que o condicionador experimental não alterou a resistência de união. Observou-se predominância de falhas adesivas e coesivas, sem padrões distintos entre os grupos. Conclui-se que a substituição parcial do ácido fosfórico por ácido glicólico não compromete a adesão à dentina e pode representar uma alternativa menos agressiva, capaz de reduzir a ativação de MMPs e favorecer a estabilidade química e biológica da interface adesiva a longo prazo.

Palavras-chave: Condicionamento ácido do dente; Adesivos dentinários; Dentina.

Watanabe TT. Evaluation of an experimental glycolic- and phosphoric acid–based conditioning agent on immediate and aged dentin adhesion [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2026.

ABSTRACT

Phosphoric acid etching of dentin is widely used in the conventional adhesive technique; however, its high aggressiveness may result in excessive demineralization and activation of matrix metalloproteinases (MMPs), compromising the durability of adhesion. This study aimed to develop and evaluate an experimental conditioning agent containing 50% glycolic acid combined with 17% phosphoric acid, investigating its influence on dentin bond strength. Bovine teeth were sectioned and divided into four experimental groups according to the conditioning agent and adhesive systems used: FC (37% phosphoric acid + Primer & Bond), FU (37% phosphoric acid + Universal), GFC (glycolic/phosphoric acid + Primer & Bond), and GFU (glycolic/phosphoric acid + Universal). The specimens were subjected to the microtensile bond strength test immediately and after six months of storage in distilled water, with statistical analysis performed using ANOVA and Tukey's test ($p < 0.05$). The results showed no statistically significant differences among the groups, both for immediate values and after aging, indicating that the experimental conditioner did not affect bond strength. A predominance of adhesive and cohesive failures was observed, with no distinct patterns among the groups. It can be concluded that the partial replacement of phosphoric acid with glycolic acid does not compromise dentin adhesion and may represent a less aggressive alternative, capable of reducing MMP activation and favoring the long-term chemical and biological stability of the adhesive interface.

Keywords: Acid etching, dental; Dentin-bonding agents; Dentin.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO……08

2 PROPOSIÇÃO……10

3 REVISÃO DE LITERATURA……11

3.1 Sistemas adesivos odontológicos……...12

3.2 Adesão ao esmalte e à dentina…… 13

3.3 Utilização do ácido fosfórico…… 13

3.4 Métodos alternativos de condicionamento……14

4 MATERIAL E MÉTODO…… 15

4.1 Preparação do agente condicionador……15

4.2 Preparação das coroas dentais…… 15

4.3 Grupos experimentais…… 16

4.4 Teste de microtração e análise do padrão de falha……16

4.5 Análise estatística……17

5 RESULTADOS……18

6 DISCUSSÃO……22

7 CONCLUSÃO…… 25

REFERÊNCIAS……..26

1 INTRODUÇÃO

O condicionamento da dentina com ácido fosfórico, passo essencial da técnica adesiva convencional (*etch-and-rinse*), promove a completa remoção da *smear layer* e expõe a rede de fibras colágenas subjacente, criando condições para a formação da camada híbrida[1]. Apesar da eficácia inicial na adesão, essa abordagem apresenta limitações importantes que comprometem a estabilidade da união ao longo do tempo. A desmineralização promovida pelo ácido fosfórico frequentemente excede a capacidade de infiltração da resina adesiva, resultando em zonas desmineralizadas não infiltradas[2]. Essas regiões tornam-se suscetíveis à degradação hidrolítica e à atividade proteolítica endógena, especialmente por parte das metaloproteinases da matriz (MMPs) presentes na dentina[3].

As MMPs, particularmente MMP-2, MMP-8 e MMP-9, são enzimas latentes que podem ser ativadas pelo baixo pH gerado durante o condicionamento ácido, contribuindo significativamente para a degradação progressiva da rede colagenosa exposta[4,5]. Este processo compromete a integridade da camada híbrida e está diretamente associado à redução da longevidade das restaurações adesivas[6]. Além disso, o risco de colapso da rede colágena devido à desidratação excessiva, aliado à elevada exposição dos túbulos dentinários, também contribui para falhas adesivas e aumento da sensibilidade pós-operatória[2].

Como alternativa ao uso exclusivo do ácido fosfórico, diversas abordagens têm sido estudadas visando reduzir os efeitos deletérios do condicionamento ácido intenso. Entre elas, destaca-se o uso de ácido poliacrílico, que promove uma desmineralização mais superficial e controlada, frequentemente associado a cimentos de ionômero de vidro[7]. Os sistemas autocondicionantes e os adesivos universais aplicados em modo *self-etch* também têm mostrado resultados satisfatórios ao preservar parte da *smear layer* e reduzir a profundidade de desmineralização[8].

Mais recentemente, o ácido glicólico, um alfa-hidroxiácido com menor agressividade à estrutura dentinária, tem sido estudado como alternativa promissora no condicionamento seletivo da dentina[9]. Com pH moderadamente ácido e alta capacidade quelante, o ácido glicólico promove uma desmineralização controlada da

superfície dentinária, com menor exposição e degradação da rede colagenosa[10,11]. Estudos indicam que seu uso está associado à menor ativação de MMPs, melhor preservação da matriz orgânica e potencial para aumentar a durabilidade da união adesiva, especialmente quando associado a agentes biomoduladores ou inibidores proteolíticos[12,13]. Essas abordagens alternativas visam não apenas otimizar a performance adesiva imediata, mas também garantir a estabilidade da adesão a longo prazo, reduzindo a degradação da camada híbrida e promovendo maior previsibilidade clínica dos procedimentos restauradores.

A associação entre o ácido glicólico e o ácido fosfórico em protocolos adesivos à dentina tem sido proposta com o objetivo de equilibrar a eficácia do condicionamento e a preservação estrutural do substrato dentinário[12,13]. Enquanto o ácido fosfórico apresenta alta capacidade desmineralizante, promovendo intensa remoção da fase mineral e exposição da matriz colágena, o que pode resultar em colapso fibrilar, aumento da permeabilidade e formação de uma camada híbrida mais suscetível à degradação, o ácido glicólico, por ser um α-hidroxiácido de menor agressividade, atua de forma mais controlada, promovendo desmineralização superficial e contribuindo para a preservação da integridade do colágeno[12,13]. Dessa forma, a combinação ou uso associado desses ácidos é justificada pela tentativa de modular o padrão de condicionamento dentinário, garantindo adequada rugosidade e abertura dos túbulos dentinários, ao mesmo tempo em que se minimizam os efeitos deletérios do condicionamento excessivo, favorecendo uma infiltração adesiva mais homogênea e maior estabilidade da interface ao longo do tempo. Assim, o presente estudo tem como objetivo desenvolver e avaliar um agente condicionador experimental composto por 50% de ácido glicólico e 17% de ácido fosfórico, investigando sua capacidade de desmineralização da dentina, formação da camada híbrida e influência na resistência de união de sistemas adesivos.

7 CONCLUSÃO

A substituição parcial do ácido fosfórico por ácido glicólico no agente condicionador experimental não alterou significativamente a resistência de união imediata nem após seis meses de envelhecimento. O condicionador combinado promoveu desempenho adesivo semelhante ao ácido fosfórico convencional, sugerindo que o ácido glicólico pode reduzir a agressividade do condicionamento sem comprometer a eficácia da adesão à dentina. Esses resultados indicam que a formulação proposta é uma alternativa viável para o condicionamento ácido, com potencial para maior estabilidade química e biológica da interface adesiva a longo prazo.

REFERÊNCIAS

1. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. J Biomed Mater Res. 1982;16(3):265–273.

2. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay A. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater.* 2011;27(1):1–16.

3. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin–dentin bonds in humans over 1 to 3 years. J Dent Res. 2011;90(6):680–685.

4. Tjäderhane L, Nascimento FD, Breschi L, Mazzoni A, Tersariol IL, Geraldeli S, et al. Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer—A review. Dent Mater. 2013;29(10):999–1011.

5. Mazzoni A, Tjäderhane L, Checchi V, Di Lenarda R, Salo T, Tay FR, et al. Role of dentin MMPs in caries progression and bond stability. J Dent Res. 2015;94(2):241–251.

6. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A Jr, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. Dent Mater. 2008;24(1):90–101.

7. Mount GJ, Hume WR, Ngo HC, Wolff MS(Eds.). Preservation and restoration of tooth structure. Oxford: John Wiley & Sons; 2016.

8. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore’s pioneering acid-etch technique to self-adhering restoratives. J Adhes Dent. 2020;22(1):7–34.

9. Trevelin C, Darzé A, Vidal CMP, Cecchin D. Glycolic acid as an alternative dentin conditioner: Bond strength and permeability. Oper Dent. 2019;44(6):E303–E312.

10. Cecchin D, Farina AP, Vidal CMP, Bedran-Russo AK. A novel enamel and dentin etching protocol using α-hydroxy glycolic acid: Surface property, etching pattern, and bond strength studies. Oper Dent. 2018;43(1):101–110.

11. Villamayor KGG, Bellodi NMC, Lima Gonçalves J de, Assis HC de, Jacob G, Sousa-Neto MD, et al. Effect of glycolic acid on the longevity of bond strength, enzymatic activity, and adhesive interface quality of fiberglass posts. Int J Adhes Adhes. 2025;142:104126.

12. Barcellos DC, Fonseca BM, Pucci CR, Cavalcanti BD, Persici E, Gonçalves SE. Effects of glycolic acid on dentin bonding durability. Clin Oral Investig. 2020;24(3):1145–1153.

13. Isabel C, Trevelin C, Vidal CMP. Biomodulation of dentin matrix using mild organic acids. J Adhes Dent. 2023;25(4):321–329.

14. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res. 1955;34(6):849–853.

15. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. Oper Dent. 2003;28(3):215–235.

16. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, et al. Dentin bonding: past, present, and future. *J Dent Res.* 2011;90(12):141–151.

17. Perdigão J. Current perspectives on dental adhesion: (1) Dentin adhesion—not there yet. J Esthet Restor Dent. 2020;32(1):5–8.

18. Brännström M. The cause of postoperative sensitivity and its prevention. J Endod. 1984;10(8):379–386.

19. Pashley DH, Tay FR, Yiu CKY, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RMD, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res.* 2004;83(3):216–221.

20. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. Dent Mater. 2011;27(1):13–31.

21. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems: I. Depth of penetration beyond dentin smear layers. Dent Mater. 2001;17(4):296–308.

22. Muñoz MA, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Loguercio AD. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. Oper Dent. 2019;44(5):487–499.

23. Breschi L, Maravic T, Cunha SR, Comba A, Cadenaro M, Tjäderhane L, et al. Dentin bonding systems: From dentin collagen structure to bond preservation. Dent Mater. 2018;34(1):78–96.

24. Darzé FM, Bridi EC, França F, Amaral FD, Turssi CP, Basting RT. Enamel and dentin etching with glycolic, ferulic, and phosphoric acids: Demineralization pattern, surface microhardness, and bond strength stability. *Oper Dent.* 2023;48(2):E35–E47.

25. Correr AB, Vidal CMP, Bedran-Russo AK. Glycolic acid conditioning: Effects on dentin structure and bonding. Oper Dent. 2021;46(2):E83–E92.

26. Kalaiselvam R, Govindaraju L, Thiyagarajan JS, Perumal S, Rajendran MR. Influence of glycolic acid as a chelating agent for smear layer removal and its effect on the microhardness of root canal dentin: a systematic review. J Conserv Dent Endod. 2025 Feb;28(2):112-118.

27. Vidal CMP, Aguilar-Mendoza JA, Trevellin C, Dourado L, Bedran-Russo AK. Preservation of dentin collagen using mild conditioners. Dent Mater. 2021;37(5):759–768.

28. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. Micromorphological changes in resin-dentin bonds over time. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2010;95(1):178–187.

29. Carrilho MRO, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds related to water and collagen degradation. Dent Mater. 2019;35(1):e1–e18.

30. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. Dent Mater. 2021;37(6):e317–e349.

31. Tezvergil-Mutluay A, Mutluay MM, Agee KA, Seseogullari-Dirihan R, Hoshika T, Cadenaro M, et al. Carbodiimide cross-linking inactivates soluble and matrix-bound MMPs in dentin. J Dent Res. 2015;94(3):532–538.

32. Spencer P, Ye Q, Park J, Topp EM, Misra A, Marangos O, et al. Adhesive/dentin interface: The weak link in the composite restoration. Dent Mater. 2010;26(3):e98–e110.