



Avaliação da eficácia de géis clareadores contendo pentóxido de nióbio utilizando o ácido hialurônico

Palavras-Chave: PENTÓXIDO DE NIÓBIO, ÁCIDO HIALURÔNIO, AÇÃO CLAREADORA

Autores(as):

Mariana Vitória dos Passos Celestino, FOP- UNICAMP

Me. Iago César Ribeiro Teles Matos (coorientador), FOP- UNICAMP

Prof(ª). Dr(ª). Vanessa Cavalli Gobbo (orientadora), FOP- UNICAMP

INTRODUÇÃO

O clareamento dental é um procedimento clínico de grande adesão e popularidade entre cirurgiões-dentistas e pacientes¹, devido à alta preocupação e procura por procedimentos que proporcionem um sorriso mais estético. Dentre as possíveis técnicas para se realizar o clareamento, a de consultório utiliza concentrações de peróxido de hidrogênio que será aplicado sob a estrutura de esmalte dental, neste caso, o mecanismo de ação se dá através da geração de espécies reativas de oxigênio (EROS) que penetram na estrutura do esmalte e causam oxidação das ligações duplas dos cromóforos, promovendo mudança do espectro de absorção de luz causam alteração na cor do esmalte, tornando o elemento dental visualmente mais estético². Todavia, apesar de sua eficácia, são amplamente relatados efeitos clínicos adversos ao procedimento, como a sensibilidade dentinária pós-operatória^{3,4,5}. Com o objetivo de reduzir esses efeitos, novos protocolos de luz, aplicação e composição de géis clareadores têm sido estudados, entre essas diferentes estratégias, temos a incorporação de partículas fotocatalíticas, como o pentóxido de nióbio (Nb_2O_5), em géis clareadores de baixa concentração, que demonstraram efeitos promissores na ação clareadora⁶. Desta maneira, para melhorar ainda mais a eficácia clareadora, acredita-se que a ação do peróxido de hidrogênio possa ser potencializada quando incorporado à matriz biopolimérica de ácido hialurônico (AH), pois potencializaria a decomposição do peróxido de hidrogênio devido à melhora no ambiente molecular e liberação das EROS⁷. Assim, o objetivo desse estudo foi desenvolver e avaliar a estabilidade de cor, índice clareamento e morfologia dental de géis clareadores experimentais contendo diferentes concentrações de partículas de Nb_2O_5 associadas ao AH e à luz LED violeta.

METODOLOGIA

Este estudo desenvolveu e avaliou a estabilidade de cor, morfologia dental e índice de clareamento, obtido pela aplicação de géis clareadores experimentais contendo diferentes concentrações de pentóxido de nióbio e ácido hialurônico, aplicados sob blocos de esmalte previamente preparados e pigmentados com chá preto, estes grupos (n=10) foram submetidos aos tratamentos associados ou não a luz LED violeta (LED) com os géis:

- PH 35%: PH 35% comercial – (Whiteness HP, FGM, Ind.) – Grupo controle.
- PH6%: PH a 6% sem Nb_2O_5 - Grupo controle experimental.
- PH6%: PH a 6% com incorporação de diferentes concentrações de Nb_2O_5 2,5 wt%
- PH6%: PH a 6% com incorporação de diferentes concentrações de Nb_2O_5 5 wt%
- PH6%: PH a 6% com incorporação de diferentes concentrações de Nb_2O_5 10 wt%

Preparo dos agentes clareadores experimentais: Para a confecção do gel clareador experimental, utilizou-se a solução de peróxido de hidrogênio 35% (Sigma Aldrich) diluído em água destilada na concentração final de 6%, armazenado em geladeira até o uso. Posteriormente, o Nb_2O_5 foi pesado em balança analítica de precisão nas concentrações relatadas (2,5, 5 e 10 p%) e adicionado ao AH (p/p) resultando em um hidrogel. Para garantir completa mistura, o Nb_2O_5 foi homogeneizado em misturador específico (Speed Mixer, Dac Iso 1.FVZ, Flack Teck, Inc.).

Determinação do pH: A determinação do pH foi realizada em triplicata nos tempos de 0 a 30 minutos, correspondentes ao período de contato do gel com a estrutura dental. Misturou-se 10 mL de água deionizada a 1g de gel em agitador magnético

por 10 min a 20°C, a mensuração foi realizada em peagâmetro de bancada (Equilam, Diadema, SP, Brasil) associado a um potenciômetro (Orion Research Incorporated, Boston, MA) previamente calibrado com padrões de pH 4,0 e 7,0.

Decomposição dos agentes clareadores: O agente clareador foi avaliado quanto à decomposição no tempos inicial (0) e após 30 min de aplicação no esmalte, em triplicata. Uma alíquota do clareador (0,01 g) foi pesada e diluída em ácido sulfúrico 1:1 (20 mL), com agitação contínua até completa homogeneização para titulação com permanganato de potássio (KMnO₄) a 0,1 N em titulador automático (HI902C1-02, Hanna Instruments, Carrolton, Texas, USA), conforme metodologia descrita por Ono & Torres⁸, 2018.

Confecção dos corpos de prova: Para confecção dos corpos de prova, foram selecionados 150 dentes bovinos extraídos sem trincas ou defeitos no esmalte, após serem submetidos a limpeza foram armazenados em solução de água destilada. Em seguida, mediante a irrigação constante de água para evitar o aquecimento, as coroas foram seccionadas em espécimes circulares (diâmetro = 5.6 mm, espessura = 3mm) considerando a distância de 2mm abaixo da junção cimento-esmalte. Para tal, utilizou-se furadeira de bancada (F16 - Pratika, Schultz) com brocas diamantadas tipo serra-copo (Di Martin, Campinas. SP, Brasil). Após o corte todos os fragmentos que apresentaram qualquer tipo de defeitos foram excluídos.

Acabamento e polimento: Todas as amostras foram polidas com Politriz automática (AROTEC, São Paulo, Brasil) e a superfície dentinária foi planificada (#600) para conferir adequado paralelismo. O esmalte foi abrasionado com lixas de carbetto de silício (#600, 800, 1200 3M ESPE 411Q, Sumaré, SP, Brasil), e o polimento com disco de feltro e suspensão diamantada (partículas abrasivas de 6,3,1 e ¼ µm) por 1 min.

Pigmentação com chá preto: As amostras foram imersas em solução de chá preto (Dr.Oetker, São Paulo, Brasil), para que apenas o esmalte vestibular fosse pigmentado, enquanto as demais superfícies foram isoladas com esmalte incolor. O protocolo de pigmentação foi realizado baseado na descrição de Sulieman et al⁹: 2g de chá preto foram diluídos em 100ml de água destilada por 5 min. O pH do chá preto foi mensurado e tamponado para pH = 7 e após filtragem, os corpos de prova foram mantidos por 24 h nessa solução sob agitação contínua em temperatura ambiente. Em seguida armazenados em saliva artificial (1,5 mM Ca, 0,9 mM P, 150 mM KCl e 0,1 M Tris, pH 7,0)¹⁰, substituída a cada 2 dias, por 7 dias para estabilização da cor até o início dos tratamentos em estufa a 37°C.

Protocolo clareador: O uso do gel clareador comercial (PH 35%) e dos géis experimentais (PH 6%) foi realizado conforme protocolo estabelecido por Kury et al.¹¹ (2022) para a técnica de clareamento de consultório, para permitir comparações entre os grupos. O gel clareador (0,01 g) foi aplicado no esmalte exposto em três sessões com duração de 30 minutos cada e intervalo de 7 dias entre as aplicações, seguindo as indicações para a técnica de clareamento de consultório. Em razão das característica fotocatalítica da nanopartículas, foi utilizado aparelho LED violeta (Bright Max Whitening, MMOptics). Para os grupos com irradiação de LED violeta o protocolo de procedimento foi realizado em concordância com o anteriormente descrito: o clareador permaneceu na superfície por 30 seg sem irradiação e foi, então, irradiado por 1 min¹². Esse procedimento foi repetido até completar os 30 min de protocolo clareador. Os corpos de prova permaneceram em saliva artificial durante todo o experimento, entre as sessões de clareamento¹⁰. Abaixo, a tabela descreve a composição do gel comercial a PH 35% e a maneira de aplicação que foi adotado para todos os géis do estudo.

Alteração de cor dental promovida por agentes clareadores experimentais: Para análise de alteração de cor, utilizou-se espectrofotômetro manual (Vita Easyshade, Vita- Zahanfabrik, Alemanha), fixado em suporte. As leituras foram realizadas em triplicata no tempo inicial (T₀) e após o tratamento clareador (T_f e T₁₄). Para tal, o corpo de prova, foi apoiado sobre uma cerâmica branca e esta, sobre um dispositivo de elevação tipo Jack que garantiu a aproximação da ponta leitora do espectroscópio. A média dos parâmetros L* (0: preto e 100:branco), a* (+a*: vermelho; -a*:verde), e b* (+b*: amarelo e - b*:azul) foram obtidos. A alteração de cor pelo sistema CIEDE 2000 (ΔE₀₀) será determinado de acordo com a fórmula:

$$\Delta E_{00} = \sqrt{\left(\frac{\Delta L^*}{k_l S_l}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C^*}{k_c S_c}\right)^2 + \left(\frac{\Delta H^*}{k_h S_h}\right)^2 + RT \left(\frac{\Delta C^*}{k_c S_c}\right) \left(\frac{\Delta H^*}{k_h S_h}\right)}$$

Nesta fórmula, H representa a matiz e C, croma (13). Adicionalmente, foi determinado o Índice de clareamento pelo WID (whiteness index for dentistry), de acordo com a equação: WID = 0.511L* - 2.324a* - 1.100b* e a diferença do índice será determinada após o protocolo clareador (ΔWID1 = WID 3a sessão de clareamento – WID baseline) e 14 dias após o clareamento (ΔWID2 = WID 14 dias após o clareamento – WID baseline).

Avaliação da morfologia do esmalte submetido a agentes clareadores: Após o clareamento, com a microscopia de varredura (MEV), foi observada a morfologia da estrutura dental (JEOL-JSM 6460LV, Tokyo, Japão). Foram selecionadas duas amostras

representativas de cada grupo, em seguida submetidas a banho ultrassônico (Ultra Cleaner, Unique, Indaiatuba, SP, Brasil) por 10 min e secos em estufa por 24h. A seguir, as amostras foram cobertas com pó de ouro e as imagens observadas em aumentos de até 1,000 x, operando a 15kV em modo à vácuo.

Análise Estatística: De forma geral, foram realizadas as análises para homocedasticidade e normalidade com os testes de Levene e Shapiro-Wilk, respectivamente ($p < 0.05$). Os resultados de pH, decomposição, ΔW_{ID} , ΔE_{00} foram avaliados como ANOVA two-way e post hoc de Tukey. As avaliações dos dados foram realizadas no software (Versão 15.0, SPASS, IBM SPSS Inc., Armonk, NY, EUA), com nível de significância de 5%.

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Análise de pH: Imediatamente após a incorporação do PH 6%, nos géis clareadores experimentais o pH esteve entre 6,2 e 7,0, e após 30 minutos, observa-se ligeira diminuição em função do tempo para todos os grupos. Porém, o pH se manteve mais estável apesar do período de maneira que os géis não apresentaram diferença estatística entre si ($p > 0,05$). O grupo comercial manteve o pH estável com aproximadamente 7,2 e não apresentou diferença estatística com os demais grupos.

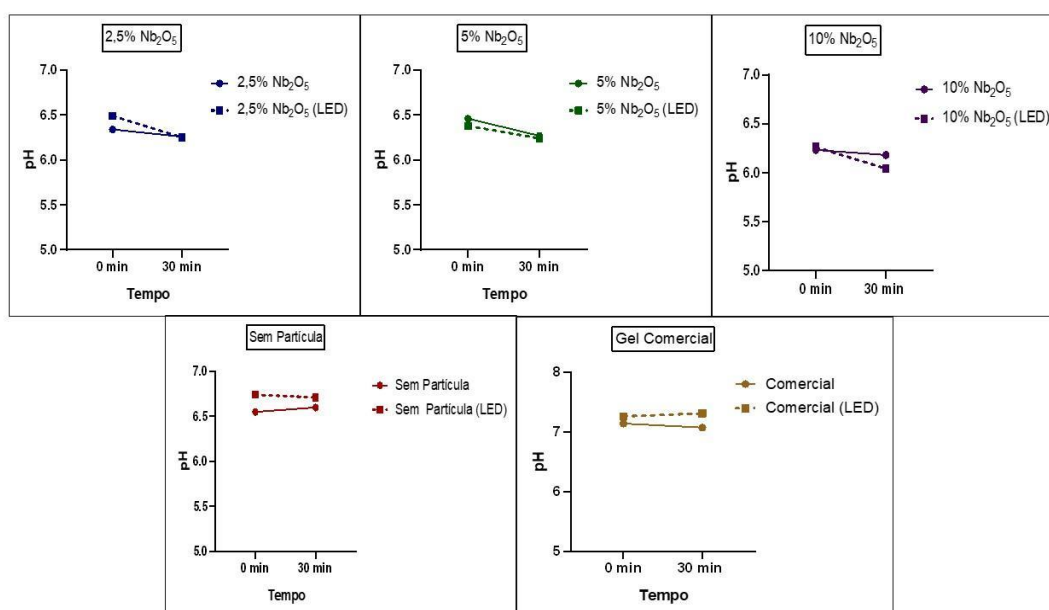


Figura 1: Valores médios de pH dos géis clareadores experimentais.

Concentração de peróxido de hidrogênio nos géis: Não houve diferenças estatísticas na concentração de peróxido de hidrogênio sem irradiação com LED violeta para os géis experimentais, independente do tempo analisado ($p > 0,05$, Tabela 1). Entre os grupos irradiados com luz, o grupo sem partícula teve a maior concentração de PH com diferença estatística com o grupo contendo 2,5% Nb₂O₅ ($p < 0,05$). O gel comercial apresentou diferença estatística entre todos os demais, uma vez que possui maior concentração de PH (35%) que os géis experimentais formulados.

Tabela 1: Média e desvio padrão da Concentração de PH (%) nos géis.

Grupos	Sem luz		Com luz	
	0 min	30 min	0 min	30 min
PH 6% sem Nb ₂ O ₅	4,60% (0,39%) Aa*	4,55% (0,42%) Aa*	4,93% (0,39%) Aa*	4,55% (0,42%) Aa*
PH 6% + 2,5% Nb ₂ O ₅	3,91% (0,36%) Aa*	4,01% (0,28%) Aa*	4,13% (0,34%) Ba*	4,12% (0,27%) Ba*
PH 6% + 5% Nb ₂ O ₅	4,32% (0,65%) Aa*	4,27% (0,41%) Aa*	4,48% (0,39%) ABa*	4,26% (0,51%) ABa*
PH 6% + 10% Nb ₂ O ₅	4,01% (0,49%) Aa*	4,16% (0,33%) Aa*	4,63% (0,37%) ABa*	4,55% (0,42%) ABa*
PH 35%	25,26% (1,60%)	26,25% (1,79%)	26,01% (0,93%)	26,07% (1,02%)

Letra maiúscula compara as colunas e letras minúsculas as linhas (Tukey). Médias seguidas de letras distintas indicam diferença estatística, com nível de significância de 5%. Letras maiúsculas comparam os tratamentos clareadores (colunas) e letras minúsculas comparam a concentração após 30 minutos (linhas). O asterisco indica diferença dos grupos experimentais com os grupos comerciais (PH35%).

Alteração de cor (ΔE_{00}): Houve diferença estatística para o fator “irradiação LED” ($p < 0.0001$). A irradiação LED aumentou significativamente o ΔE_{00} , para todos os grupos ($p > 0,05$). Houve diferenças significativas entre os grupos irradiados com LED violeta ($p < 0,05$), onde o grupo comercial, sem partícula e 10% de Nb_2O_5 obtiveram as maiores médias obtendo diferença estatística com os demais grupos. Entre os grupos não irradiados, o grupo comercial obteve a maior média, com diferença estatística com os demais grupos experimentais ($p < 0,05$). O maior desempenho do gel comercial, pode ser justificado por sua alta concentração de peróxido de hidrogênio, que já promove uma grande alteração de cor, e associado a luz, esses valores podem ser ainda maiores¹². Os resultados de alteração de cor após 14 dias de clareamento (ΔE_{00}) estão descritos na Tabela 2.

Tabela 2: Média e desvio padrão da alteração de cor.

ΔE_{00} - 14 Dias	Sem luz	Com luz
PH 6% sem Nb_2O_5	3,46 (1,52) Bb	10,38 (2,17) Aa
PH 6% + 2,5% Nb_2O_5	3,73 (1,76) Bb	9,77 (4,17) Ba
PH 6% + 5% Nb_2O_5	3,46 (1,07) Bb	9,41 (4,47) Ba
PH 6% + 10% Nb_2O_5	4,77 (1,99) Bb	12,78 (3,99) Aa
PH 35%	7,22 (2,50) Ab	13,63 (3,22) Aa

Letra maiúscula compara as colunas. e letras minúsculas as linhas (Tukey). Médias seguidas de letras distintas indicam diferença estatística, com nível de significância de 5%. Letras maiúsculas comparam os tratamentos clareadores (colunas) e letras minúsculas comparam a irradiação com LED (linhas).

Índice de clareamento: Após 14 dias de clareamento, a comparação intragrupos constatou que a irradiação com Luz LED aumentou significativamente o ΔW_{ID} , independente da concentração Nb_2O_5 , de maneira que o mesmo ocorre com o gel controle ($p < 0,05$). Nos grupos irradiados com luz, o gel comercial obteve a maior média de clareamento, obtendo diferença estatística com os demais grupos experimentais, o que pode ser justificado pela alta concentração de PH e o uso da luz violeta, que por si só, já promove uma alteração de cor perceptível¹². Dos grupos experimentais, o gel com 10% de Nb_2O_5 obteve o melhor resultado, diferindo dos demais grupos ($p < 0,05$). Entre os grupos não irradiados, o grupo comercial obteve a maior média entre os grupos ($p < 0,05$). A tabela 2 demonstra os resultados obtidos do Índice de clareamento após 14 dias do protocolo clareador.

Tabela 3. Média e desvio padrão do Índice de clareamento.

ΔW_{ID} - 14 dias	Sem luz	Com luz
PH 6% sem Nb_2O_5	8,60 (6,31) Bb	26,54 (6,43) BCa
PH 6% + 2,5% Nb_2O_5	9,02 (7,39) Bb	21,68 (11,10) Ca
PH 6% + 5% Nb_2O_5	6,91 (5,72) Bb	22,92 (10,81) Ca
PH 6% + 10% Nb_2O_5	8,29 (9,14) Bb	31,49 (8,38) Ba
PH 35%	18,79 (5,99) Ab	43,76 (6,30) Aa

Médias seguidas de letras distintas indicam diferença estatística, com nível de significância de 5%. Letras maiúsculas comparam os tratamentos clareadores (linhas) e letras minúsculas comparam a irradiação com LED (colunas). O sustenido exibe diferença com o controle positivo (CP, PH 35%).

Microscopia eletrônica de varredura (MEV): As imagens do MEV, sugerem que o PH 6% não causou alterações na superfície do esmalte, nota-se que a superfície do esmalte manteve-se íntegra após o tratamento, sem áreas de desmineralização ou rugosidades.

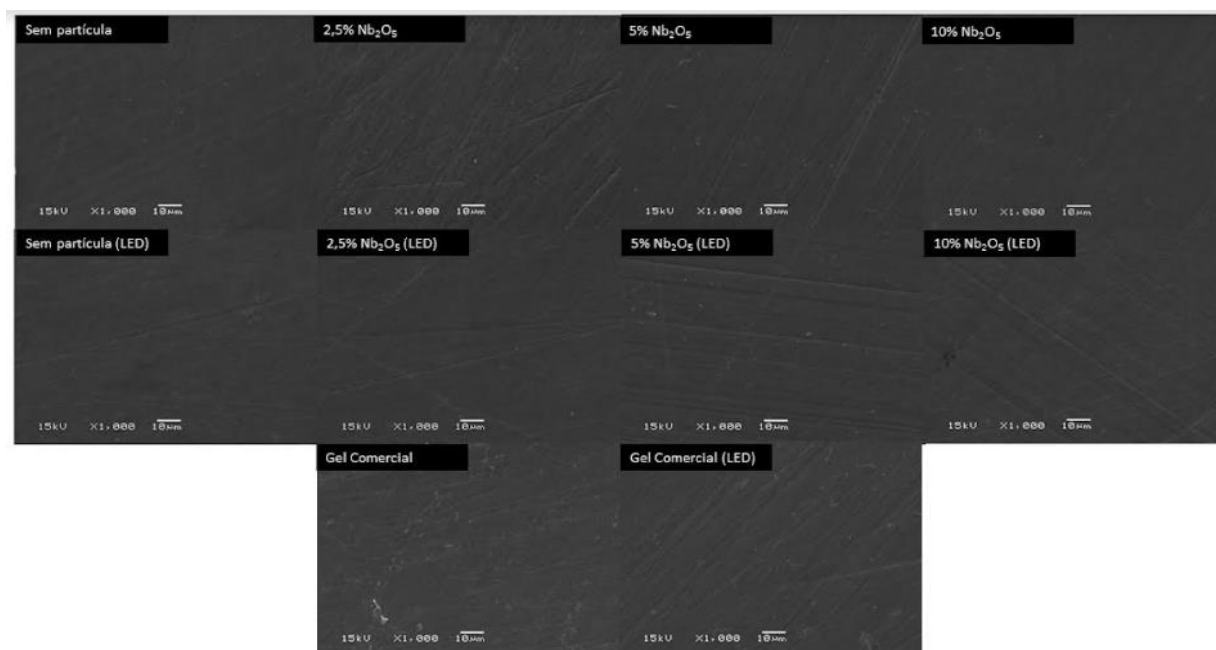


Figura 2: Microscopia eletrônica de varredura (MEV).

CONCLUSÃO

Diante dos resultados deste estudo in vitro, podemos concluir que os géis clareadores experimentais contendo PH 6% e partículas Nb_2O_5 , apresentam estabilidade adequada, e boa eficácia clareadora quando utilizado o LED violeta, obtendo resultados semelhantes ao gel comercial. Dentre os géis experimentais, o gel com 10% de Nb_2O_5 obteve o melhor desempenho na ação clareadora quando comparado com os demais grupos com diferentes concentrações. Os géis experimentais não promoveram alterações significantes na morfologia do esmalte clareado.

REFERÊNCIAS

1. Joiner A. Review of the extrinsic stain removal and enamel/dentine abrasion by a calcium carbonate and perlite containing whitening toothpaste. *Int Dent J.* 2006;56(4):175–80.
2. Kwon SR, Wertz PW. Review of the Mechanism of Tooth Whitening. *J Esthet Restor Dent.* 2015;27(5):240-57.
3. Epple M, Meyer F, Enax J. A Critical Review of Modern Concepts for Teeth Whitening. *Dent J (Basel).* 2019 Aug 1;7(3):79. doi: 10.3390/dj7030079. PMID: 31374877; PMCID: PMC6784469.
4. Vaz MM, Lopes LG, Cardoso PC, Souza JB, Batista AC, Costa NL, Torres EM, Estrela C. Inflammatory response of human dental pulp to at-home and in-office tooth bleaching. *J Appl Oral Sci.* 2016 Sep-Oct;24(5):509-517. doi: 10.1590/1678-775720160137. PMID: 27812622; PMCID: PMC5083029
5. Fearon J. Tooth whitening: concepts and controversies. *J Ir Dent Assoc.* 2007 Autumn;53(3):132-40. PMID: 17948744.
6. Matos ICRT, Kury M, de Melo PBG, de Souza LVS, Esteban Florez FL, Cavalli V. Effects of experimental bleaching gels containing co-doped titanium dioxide and niobium pentoxide combined with violet light [published online ahead of print, 2023 Jun 28]. *Clin Oral Investig.* 2023;10.1007/s00784-023-05113-z. doi:10.1007/s00784-023-05113-z
7. Altmann ASP, Collares FM, Balbinot GS, Leitune VCB, Takimi AS, Samuel SMW. Niobium pentoxide phosphate invert glass as a mineralizing agent in an experimental orthodontic adhesive. *Angle Orthod.* 2017;87(5):759-765. doi: 10.2319/122417-140.1.
8. Ono, MA. Orientador: Carlos Rocha Gomes Torres. Influência da tiouréia no efeito clareador do peróxido de hidrogênio. Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) – Pós-graduação em Odontologia Restauradora – Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia. São José dos Campos, 2018.
9. Sulieman M, Addy M, Rees JS (2003) Development and evaluation of a method in vitro to study the effectiveness of tooth bleaching. *J Dent* 31(6):415–422. [https://doi.org/10.1016/s0300-5712\(03\)00069-1](https://doi.org/10.1016/s0300-5712(03)00069-1)
10. Queiroz CS, Hara AT, Paes Leme AF, Cury JA. pH-cycling models to evaluate the effect of low fluoride dentifrice on enamel de- and remineralization. *Braz Dent J.* 2008;19(1):21-27. doi:10.1590/s0103-64402008000100004
11. Kury M, Hiers RD, Zhao YD, et al. Novel Experimental In-Office Bleaching Gels Containing Co-Doped Titanium Dioxide Nanoparticles. *Nanomaterials (Basel).* 2022;12(17):2995. Published 2022 Aug 30. doi:10.3390/nano12172995
12. Kury M, Wada EE, Silva DPD, Tabchoury CPM, Giannini M, Cavalli V. Effect of violet LED light on in-office bleaching protocols: a randomized controlled clinical trial. *J Appl Oral Sci.* 2020;28:e20190720. doi:10.1590/1678-7757-2019-0720