



# **Avaliação de diferentes protocolos de luz na eficácia de géis clareadores experimentais contendo pentóxido de nióbio**

**Palavras-Chave: PENTÓXIDO DE NIÓBIO, ÁCIDO HIALURÔNICO, AÇÃO CLAREADORA.**

**Autores(as):**

**Mariana Vitória dos Passos Celestino, FOP- UNICAMP**

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

**Prof<sup>(a)</sup>. Dr<sup>(a)</sup>. Vanessa Cavalli Gobbo (orientadora), FOP- UNICAMP**

---

## **INTRODUÇÃO**

O clareamento dentário é um procedimento clínico de grande aceitação e popularidade entre dentistas e pacientes, devido à elevada preocupação e demanda por métodos que proporcionem um sorriso mais estético (Joiner et al). Entre as possíveis técnicas para realizar o clareamento, a de consultório utiliza concentrações de peróxido de hidrogênio que são aplicadas sobre a estrutura do esmalte dental. Neste caso, o mecanismo de ação ocorre através da geração de espécies reativas de oxigênio (EROS), que penetram na estrutura do esmalte e causam a oxidação das ligações duplas dos cromóforos, promovendo uma mudança no espectro de absorção de luz e alterando a cor do esmalte, tornando o elemento dental visualmente mais estético (Kwon e Wertz 2015). No entanto, apesar de sua eficácia, são frequentemente relatados efeitos adversos clínicos ao procedimento, como a sensibilidade dentinária pós-operatória (Epple et al. 2019; Vaz et al. 2016; Fearon et al. 2007). Com o intuito de minimizar esses efeitos, novos protocolos de luz, aplicação e composição de géis clareadores têm sido estudados. Entre essas diferentes abordagens, destaca-se 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 clareadora (Matos et al. 2023). Dessa forma, para aprimorar ainda mais a eficácia do clareamento, acredita-se que a ação do peróxido de hidrogênio possa ser potencializada quando associado à matriz biopolimérica de ácido hialurônico (AH), pois isso potencializaria a decomposição do peróxido de hidrogênio devido à melhoria no ambiente molecular e liberação das EROS. Assim, o propósito deste estudo é formular e avaliar a estabilidade da cor de géis clareadores experimentais contendo partículas de pentóxido de nióbio a 10%, associados a diferentes protocolos de luz LED violeta.

## **METODOLOGIA**

Este estudo avaliou a estabilidade da cor e o índice de clareamento de dentes bovinos após serem submetidos a um procedimento de clareamento com gel contendo peróxido de hidrogênio (PH 6%) e partículas de pentóxido de nióbio ( $Nb_2O_5$ ) em uma concentração de 10%. Este tratamento foi realizado em combinação com dois

diferentes protocolos de luz LED violeta. Foram utilizados sessenta espécimes, inicialmente expostos à coloração com chá preto, e posteriormente divididos em grupos. Todos os grupos foram tratados com o gel clareador experimental, associado à luz LED violeta, seguindo dois protocolos distintos, conforme detalhado abaixo. Para realizar a pesquisa, foram definidos cinco grupos distintos (n=10):

- **PH35:** PH 35% comercial – (Whiteness HP, FGM, Ind.) – controle positivo
- **PH\_LV1:** PH 6% sem Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> + luz violeta – Protocolo 1 de luz
- **PH\_LV2:** PH 6% sem Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> + luz violeta – Protocolo 2 de luz
- **PH\_Nb\_LV1:** PH 6% com incorporação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 5% + luz violeta – Protocolo 1 de luz
- **PH\_Nb\_LV2:** PH 6% com incorporação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 5% + luz violeta – Protocolo 2 de luz

Todos os grupos experimentais foram submetidos a dois protocolos diferentes de luz LED violeta (descritos mais adiante), exceto o controle comercial (PH 35%). As variáveis de resposta serão os parâmetros L\*, a\*, b\* de cor, avaliados antes do clareamento (T<sub>0</sub>), após o clareamento (T<sub>f</sub>) e 14 dias depois do clareamento (T<sub>14</sub>), para determinar a alteração de cor ( $\Delta E_{00}$ ) e o índice de clareamento ( $\Delta WI_D$ ), imediatamente após o clareamento ( $\Delta E_{00} = T_f - T_0$  e  $\Delta WI_D = T_f - T_0$ ) e 14 dias após o clareamento ( $\Delta E_{00} = T_{14} - T_0$  e  $\Delta WI_D = T_{14} - T_0$ ).

**Preparo dos agentes clareadores experimentais:** Para a preparação do gel clareador experimental, foi utilizada uma solução de peróxido de hidrogênio a 35% (Sigma Aldrich), diluída em água destilada até alcançar a concentração final de 6%, e mantida em refrigerador até o momento do uso. Em seguida, o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi pesado com uma balança analítica de precisão na concentração de 10% e incorporado ao ácido hialurônico (p/p), resultando em um hidrogel. Para assegurar uma mistura completa, o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi homogeneizado em um misturador específico (Speed Mixer, Dac Iso 1.FVZ, Flack Teck, Inc.).

**Confecção dos corpos de prova:** Os corpos de prova foram obtidos de dentes bovinos sem rachaduras e defeitos no esmalte, limpos e armazenados em solução de timol a 0,1%. Em seguida, os dentes foram cortados com um disco de diamante montado em uma peça de mão, 2 mm abaixo da junção cimento-esmalte. As coroas também foram cortadas usando um disco de diamante (KG Sorensen, São Paulo, Brasil) em uma peça de mão (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil) com irrigação constante, em blocos de esmalte medindo 5 mm x 5 mm x 3 mm.

**Acabamento e polimento:** Os espécimes foram polidos (AROTEC, São Paulo, Brasil) e a superfície dentinária foi nivelada (#600) com uma politriz automática (AROTEC, São Paulo, Brasil) para garantir o paralelismo. Finalmente, o esmalte foi abrasado com lixas de carbetto de silício (#600, 800, 1200, 3M ESPE 411Q, Sumaré, SP, Brasil) e polido com disco de feltro e suspensão diamantada (contendo partículas abrasivas de 6, 3, 1 e ¼ µm) por 1 minuto.

**Pigmentação com chá preto:** As amostras foram imersas em uma solução de chá preto (Dr. Oetker, São Paulo, Brasil) para que apenas o esmalte vestibular fosse pigmentado, enquanto as outras superfícies foram protegidas com esmalte incolor. O protocolo de pigmentação foi baseado na metodologia descrita por Sulieman et al<sup>8</sup>: 2g de chá preto foram dissolvidos em 100 ml de água destilada por 5 minutos. O pH da solução de chá preto foi medido e ajustado para pH = 7, e após a filtração, os corpos de prova foram mantidos nessa solução por 24 horas sob agitação contínua à temperatura ambiente. Em seguida, foram armazenados em saliva artificial (1,5 mM Ca, 0,9 mM P, 150 mM KCl e 0,1 M Tris, pH 7,0)<sup>9</sup>, que foi substituída a cada 2 dias durante 7 dias, para estabilizar a cor até o início dos tratamentos em estufa a 37°C.

**Protocolo clareador:** O gel clareador (0,01 g) foi aplicado ao esmalte e o tratamento foi conduzido conforme as diretrizes para clareamento em consultório: três sessões com aplicação única e intervalo de 7 dias entre cada aplicação. Para os grupos submetidos à irradiação com LED violeta, foram utilizados dois protocolos de luz:

- **Protocolo 1:** O clareador foi mantido na superfície do esmalte por 30 minutos, com 1 minuto de irradiação com LED violeta, seguido por intervalos de 30 segundos sem luz (Kury et al., 2020).<sup>10,11</sup>.
- **Protocolo 2:** O clareador foi mantido na superfície do esmalte por 20 minutos e irradiado com LED violeta continuamente por 20 minutos, sem pausas (MMOptics - 9ª edição).

Durante o intervalo entre as sessões de clareamento, os corpos de prova foram armazenados em saliva artificial.<sup>9</sup>

**Alteração de cor dental promovida por agentes clareadores experimentais:** Para a avaliação da mudança de cor, foi empregado um espectrofotômetro manual (Vita Easyshade, Vita-Zahanfabrik, Alemanha), montado em um suporte. As medições foram feitas em triplicata no momento inicial (T0) e após o tratamento clareador (Tf e T14). Para isso, o corpo de prova foi posicionado sobre uma superfície cerâmica branca, que estava apoiada em um dispositivo de elevação tipo Jack, assegurando a proximidade da ponta do leitor do espectrofotômetro. A média dos parâmetros L\* (0: preto e 100: branco), a\* (+a\*: vermelho; -a\*: verde) e b\* (+b\*: amarelo e -b\*: azul) foram registrados. A alteração de cor foi calculada pelo sistema CIEDE 2000 ( $\Delta E_{00}$ ) conforme 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 equação, H denota a tonalidade e C, a intensidade de cor (13). Além disso, foi calculado o Índice de Clareamento utilizando o  $WI_D$  (índice

de branquura para odontologia), de acordo com a fórmula:  $WI_D = 0,511L^* - 2,324a^* - 1,100b^*$ . A alteração de cor será avaliada imediatamente ( $\Delta E_{00}1 = \Delta E_{00}$  da 3ª sessão de clareamento –  $\Delta E_{00}$  inicial) e 14 dias após o clareamento ( $\Delta E_{00}2 = \Delta E_{00}$  após 14 dias –  $\Delta E_{00}$  inicial). A variação do índice será avaliada após o protocolo de clareamento ( $\Delta WI_D1 = WI_D$  da 3ª sessão de clareamento –  $WI_D$  inicial) e 14 dias após o clareamento ( $\Delta WI_D2 = WI_D$  14 dias após o clareamento –  $WI_D$  inicial).

**Avaliação da morfologia do esmalte submetido a agentes clareadores:** Após o clareamento, a morfologia da estrutura dental foi examinada com a microscopia eletrônica de varredura (MEV) (JEOL-JSM 6460LV, Tokyo, Japão). Duas amostras representativas de cada grupo foram escolhidas e, em seguida, submetidas a um banho ultrassônico (Ultra Cleaner, Unique, Indaiatuba, SP, Brasil) por 10 minutos e secas em estufa por 24 horas. Posteriormente, as amostras foram revestidas com pó de ouro e as imagens foram analisadas com aumentos de até 1.000x, operando a 15kV em modo a vácuo.

**Análise Estatística:** Foram conduzidas análises para determinação da homogeneidade das variâncias e normalidade utilizando os testes de Levene e Shapiro-Wilk, respectivamente ( $p < 0,05$ ). Os resultados de  $\Delta WI_D$  e  $\Delta E_{00}$  foram analisados por meio de ANOVA de dois fatores e teste post hoc de Tukey. As avaliações dos dados foram realizadas no software (Versão 15.0, SPSS, IBM SPSS Inc., Armonk, NY, EUA), com um nível de significância de 5%.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 2 demonstra os resultados de  $\Delta E_{00}$ , tanto 24 h após o clareamento ( $\Delta E_{00}1$ ), quanto 14 dias após o tratamento ( $\Delta E_{00}2$ , Tabela 1). Após o clareamento, o grupo PH 6% apresentou menor  $\Delta E_{00}$  entre os grupos, e PH 6% sem  $Nb_2O_5$  10% submetido ao protocolo 2 de luz apresentou resultados intermediários ( $p < 0,01$ ). Não houve diferenças entre o grupo PH 35% e os grupos submetidos ao PH 6% + protocolo de luz 1 e o grupos PH 6% com  $Nb_2O_5$  e com luz ( $p > 0,05$ ).

Após 14 dias, os grupos PH 6% e PH 6% sem  $Nb_2O_5$  10%+ protocolo 2 de luz continuaram a apresentar os menores valores de  $\Delta E_{00}$  entre os grupos, enquanto os demais grupos não apresentaram diferenças em relação ao PH 35%. Portanto, é importante destacar que os grupos experimentais não apresentaram diferença em relação ao grupo controle, o qual possui concentração de peróxido de hidrogênio significativamente maior.

Observou-se para o  $\Delta WI_D$  que não houve diferenças estatísticas entre os grupos, independentemente do protocolo de clareamento empregado (Tabela 3).

**Tabela 2.** Média e desvio padrão (DP) dos resultados da diferença do índice de clareamento ( $\Delta E_{00}$ ).

Grupos	$\Delta E_{00}$	
	$\Delta E_{001}$ (Após o clareamento)	$\Delta E_{0014}$ (14 dias após o clareamento)
PH35: PH 35%	7,10 (1,72) Aa	7,38 (3,44) Aa
PH 6% sem Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> – sem luz	4,42 (2,3) Ca	5,40 (3,4) Ba
PH 6% sem Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 10%+ protocolo 1 de luz	8,40 (4,68) Aa	7,08 (4,50) Aa
PH 6% com Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 10%+ protocolo 1 de luz	8,95 (1,01) Aa	7,67 (2,18) Aa
PH 6% sem Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 10%+ protocolo 2 de luz	6,81 (3,47) Ba	5,90 (2,70) Ba
PH 6% com Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 10%+ protocolo 2 de luz	9,75 (1,97)Aa	7,51 (1,32) Aa

Médias seguidas de letras distintas indicam diferenças entre os grupos de acordo com Anova (dois fatores) e teste Tukey ( $p < 0,05$ ). Letras maiúsculas comparam as colunas e letras minúsculas comparam as linhas. O asterisco indica diferenças estatísticas em relação ao grupo controle PH 35% pelo teste Dunnett.

**Tabela 3.** Média e desvio padrão (DP) dos resultados da diferença do índice de clareamento ( $\Delta WI_D$ ).

Grupos $\Delta WI_D$	$\Delta WI_D$	
	Final	14 dias
PH35: PH 35%	13,6 (11,90) A <sub>a</sub>	20,85 (8,30) Aa
PH 6% - sem Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> - sem luz	11,45 (9,27) Aa	15,16 (10,02) Aa
PH 6% sem Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 10%+ protocolo 1 de luz	22,36 (12,9) Aa	24,68 (14,81) Aa
PH 6% com Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 10%+ protocolo 1 de luz	22,97 (11,53) Aa	25,73 (9,94) Aa
PH 6% sem Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 10%+ protocolo 2 de luz	16,29 (13,86) Aa	22,09 (12,73) Aa
PH 6% com Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 10%+ protocolo 2 de luz	29,68 (7,59)Aa	29,51(6,24) Aa

Médias seguidas de letras distintas indicam diferenças entre os grupos de acordo com Anova (dois fatores) e teste Tukey ( $p < 0,05$ ). Letras maiúsculas comparam as colunas e letras minúsculas comparam as linhas.

## CONCLUSÃO

Com base nos resultados deste estudo preliminar, conclui-se que os géis clareadores experimentais contendo 6% de peróxido de hidrogênio e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e irradiados com luz apresentaram eficácia comparável ao gel comercial de alta concentração e melhor desempenho que os géis sem partículas.

## 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 ÉM, 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. 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)
9. 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
10. 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
11. 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