# *Determinação da concentração de dióxido de titânio em géis clareadores experimentais irradiados enriquecidos com Biosilicato® e irradiados com luz violeta*

**Palavras-chave: Clareamento Dental; Peróxido de Hidrogênio; Dióxido de Titânio; Luz**

**Autores(as):**
**BRUNO DOS SANTOS, FOP - UNICAMP**
**GUILHERME SILVA DOS SANTOS, FOP - UNICAMP**
**MARINA TREVELIN, LaMaV - UFSCAR**
**RAFAEL DASCANIO, FOP - UNICAMP**
**Prof. Dr. MATHEUS KURY (co-orientador), FOUNIP - UNIP**
**Profa. Dra. VANESSA CAVALLI (orientadora), FOP – UNICAMP**

## 1 INTRODUÇÃO:

O clareamento dental, embora seja um dos procedimentos estéticos mais utilizados, pode causar danos ao esmalte quando realizado com altas concentrações de peróxido de hidrogênio ($H_2O_2$)[1]. Para minimizar esses efeitos, pesquisadores têm estudado o uso de géis com baixa concentração de $H_2O_2$ ativados por LED violeta[2], associados a fotocatalisadores, como o dióxido de titânio ($TiO_2$). Essa combinação mostrou maior eficácia clareadora[3] e menor toxicidade celular[4]. Além disso, o uso de Biosilicato® tem se mostrado eficaz na remineralização do esmalte, recuperando sua dureza[5] e aumentando os níveis de cálcio e fósforo[6]. Assim, a associação de Biosilicato® dopado com $TiO_2$ em géis clareadores com LED violeta representa uma abordagem promissora, eficaz e segura para o clareamento dental. O presente estudo tem como objetivos principais: sintetizar o Biosilicato® dopado com dióxido de titânio (BioS_$TiO_2$) e incorporá-lo, em diferentes concentrações, a um gel clareador experimental contendo 6% de peróxido de hidrogênio (PH); determinar, por meio de ensaios in vitro, a concentração ideal desse composto que, associada à aplicação de LED violeta, otimize a eficácia clareadora do gel; e, por fim, avaliar os efeitos da aplicação desses géis experimentais sobre a microdureza do esmalte dental.

## 2 METODOLOGIA:

**2.1 Coleta de dentes e preparo das amostras.** Cento e sessenta incisivos bovinos limpos foram seccionados no terço médio da face vestibular em discos de esmalte-dentina (diâmetro = 5.00 mm e espessura = 3.0 mm), utilizando broca diamantada serra-copo (DiMartino, Campinas, Brasil) em uma furadeira de bancada (F16 - Pratika, Schultz, SP, Brasil), mediante irrigação constante, e a partir (Figura 1A). Na sequência, as amostras tiveram a dentina planificada e o esmalte polido com lixa d'águas (Norton Saint-Gobain, Guarulhos, SP, Brasil) em uma politriz automática (Arotec, Cotia, SP, Brasil - Figura 1B). Após sonificação por 10 minutos (Ultrasonic – Unique Indústria e Comércio, Indaiatuba, SP, Brasil), os discos foram submetidos ao polimento manual com disco de feltro e suspensão

diamantada (com partículas abrasivas de 1 µm) por 1 min.

A B

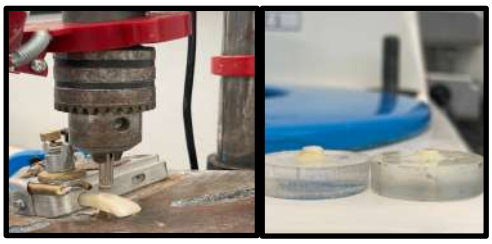


**Figura 1A**: Incisivo bovino mediante processo de seccionamento em furadeira de bancada; **Figura 1B:** Diferença entre amostra não polida (esquerda) e amostra polida (direita).

**2.2 Pigmentação e determinação da cor.** Os dentes foram pigmentados com solução de chá preto tamponado com KOH (pH = 7), conforme descrito em Kury et al. (2024). Em seguida, os corpos de prova pigmentados foram limpos com pedra-pomes e escova Robinson e armazenados em saliva artificial (1,5 mM de Ca; 0,9 mM de PO4 e KCl 150 mM em solução tampão tris 20 mM, pH 7,0), durante 7 dias para estabilização da cor até o início dos tratamentos, em estufa a 37 °C. A saliva artificial foi substituída a cada 2 dias. A alteração de cor foi avaliada utilizando a fórmula CIEDE2000 ($\Delta E_{00}$) = $[(\Delta L'/KLSL)^2 + (\Delta C'/KCSC)^2 + (\Delta H'/KHSH)2 + RT*(\Delta C'/KCSC)*(\Delta H'/KHSH)]^{1/2}$. O índice de clareamento ($\Delta WI_D$) de acordo com as equações: $WI_D$ = 0.511L* - 2.324ª* - 1.100b* e $\Delta WI_D$ = $WI_D$ final - $WI_D$ inicial. A avaliação da cor do esmalte foi determinada após pigmentação dos blocos, bem como após 14 dias de armazenamento dos espécimes em saliva artificial, utilizando um espectrofotômetro digital (EasyShade, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha)**.**

A B C

**Figura 2A**: Processo de tamponamento do chá com KOH; **Figura 2B:** Amostras imersas em solução de chá tamponado. **Figura 2C:** Espectrofotômetro determinando o valor das coordenadas das cores.

**2.3 Rota de Síntese da partícula e Preparo do Gel Clareador Experimental.** O Biosilicato® (BioS) foi fabricado pela rota de fusão dos óxidos, conforme a composição $23.75Na_2O–23.75(xCaO – (1 – x))$ (x=1 ou 0.9) – $46.3SiO_2–2.5P_2O_5$ $48.5SiO_2–4P_2O_5$ (% em peso). Primeiramente, as matérias-primas ($CaCO_3$, $Na_2CO_3$, $SiO_2$ e $NaH_2PO_4$) foram misturadas e homogeneizadas em moinho de jarros de ágata por 24 h. Em seguida, foi realizada a fusão dos vidros em cadinho de platina em forno Botton Load (Nabertherm, DE) a 1450°C. Após a obtenção do vidro e dos tratamentos térmicos, os materiais foram moídos em moinho planetário (Fritsch, DE), obtendo partículas com tamanho médio de 5m (d50).

Visando preservar a bioatividade do BioS, realizou-se uma mistura física com $TiO_2$ (Riedel-De Haenag Seelze-Hannover, Alemanha) em três concentrações (1%, 2% ou 3% de $TiO_2$) em relação a concentração do BioS adicionada no gel experimental. O espessante do gel experimental foi preparado conforme descrito em Dascanio et al. (2024), utilizando um hidrogel à base de carboximetilcelulose (CMC, Sigma-Aldrich, St. Louis, MI, EUA). Tal qual já relatado por Dascanio et al. (2024), o gel apresentou-se homogêneo quando misturado com 6% de peróxido de hidrogênio (3 PH:1 espessante), conforme Figura 3.

**Figura 3 –** Géis utilizados (em ordem, PH35% comercial, PH6%, PH6%+BioS, PH6%+BioS_ 1%TiO2, PH6%+BioS_ 2%TiO2, PH6%+BioS_ 3%TiO2)

**2.4 Divisão dos grupos e Protocolo clareador.** Os grupos pilotos foram clareados conforme os seguintes protocolos (n=10): **G1)** 6%PH **G2),** 6%PH+1%$TiO_2$+LED **G3)** 6%PH+BioS+LED, **G4)** 35%PH+LED, **G5)** 6%PH+BioS+2%$TiO_2$, **G6)** 6%PH+BioS+1%$TiO_2$, **G7)** 6%PH+1%$TiO_2$, **G8)** 6%PH+LED, **G9)** 6%PH+BioS+3%$TiO_2$+LED, **G10)** 6%PH+BioS+2%$TiO_2$+LED, **G11)** 6%PH+BioS, **G12)** 35%PH, **G13)** 6%PH+BioS+1%$TiO_2$+LED e **G14)** 6%PH+BioS+3%$TiO_2$. Foram realizadas três sessões de clareamento com intervalos de sete dias entre elas. Durante os intervalos e nos 14 dias subsequentes à última sessão, os espécimes foram armazenados em saliva artificial a 37 °C. O protocolo de irradiação com LED violeta consistiu em 20 aplicações de 1 minuto, com intervalos consecutivos de 30 segundos, correspondendo ao mesmo tempo de aplicação dos géis clareadores sobre o esmalte.

**2.5 Análise de Microdureza**. A microdureza da superfície do esmalte dos blocos foi obtida por meio de 3 impressões na região central do bloco, com penetrador tipo Knoop (Future Tech-FM-1e, Tokyo, Japan), com carga estática de 50 g por 5 s e com 100 µm de distância entre elas (Figura 4). As análises de microdureza de superfície foram realizadas após a pigmentação e 24 h após a última sessão clareadora.

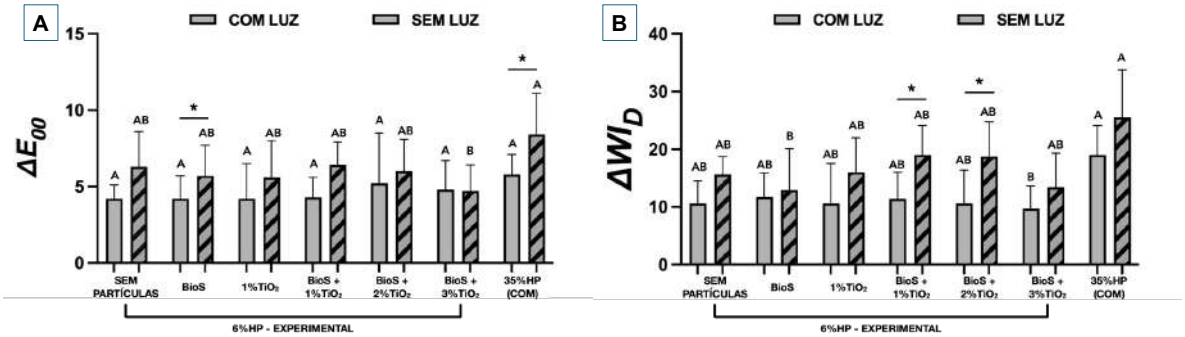
**A** **B**

**Figura 4A**: Indentações por penetrador tipo Knoop na superfície do esmalte dos blocos; **Figura 4B:** Durômetro de bancada utilizado nas medições de microdureza;

## 3 RESULTADOS:

Os gráficos na Figura 5, indicam os resultados de $\Delta E_{00}$ (A) e $\Delta WI_D$ (B). Em relação à alteração de cor, não houve diferença significativa entre os géis clareadores na ausência de luz. Contudo, dentre os géis irradiados com luz violeta, o clareamento com 35%HP levou a $\Delta E_{00}$ significativamente maior que 6%PH incorporado com BioS+3%$TiO_2$. Embora a ativação luminosa não tenha aumentado significativamente $\Delta E_{00}$ de grupos contendo $TiO_2$, os resultados de variação do índice de brancura demonstraram que 6%PH incorporado com BioS misturado com 1% e 2% de $TiO_2$ tiveram um aumento significativo de $\Delta WI_D$, mediante irradiação luminosa, alcançando os valores médios de 35% HP (sem luz). O mesmo ganho não foi detectado nos géis de 6%PH sem partícula, apenas com BioS ou $TiO_2$ e quando houve mistura dos mesmos à 3% de $TiO_2$.

**Figura 5.** Médias e desvios-padrão de $\Delta E_{00}$ e $\Delta WI_D$ após 14 dias da finalização dos protocolos clareadores




Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatísticas significativas entre os tipos de gel clareador para um mesmo tempo (antes ou após o clareamento) ($p < 0,05$). Linhas com asteriscos indicam diferenças estatísticas significativas entre os tempos (antes vs. após o clareamento) para um mesmo gel e condição de luz ($p < 0,05$). Modelos lineares generalizados seguidos de Bonferroni ($\alpha$=5%).

A análise estatística (Tabela 1) revelou aumento significativo da microdureza após o clareamento nos grupos contendo BioS, incluindo os géis 6% PH + BioS, 6% PH + 1% $TiO_2$, 6%PH + 2% $TiO_2$ e 6% HP + 3% $TiO_2$, tanto na condição com luz quanto sem luz. Os demais grupos, como 6% HP isolado, 6% HP + $TiO_2$ e 35% HP, não apresentaram diferença estatística significativa ao longo do tempo. Entre os diferentes géis, houve diferenças estatísticas após o clareamento, com destaque para os grupos 6%PH + BioS, 6%PH + 1% $TiO_2$, que se diferenciaram de géis sem essa adição. A presença de luz, isoladamente, não resultou em mudanças estatísticas consistentes.

**Tabela 1.** Valores médios e desvios-padrão da microdureza superficial do esmalte (Knoop) antes e após o clareamento, de acordo com o tipo de gel clareador e a presença ou não de luz.

| | SEM LUZ | | COM LUZ | |
|---|---|---|---|---|
| | **Antes** | **Após** | **Antes** | **Após** |
| **6%PH** | 299.7 (19.9) $^{Aa}$ | 305.3 (23.4) $^{BCa}$ | 303.2 (21.2) $^{Aa}$ | 292.4 (36.8) $^{BCa}$ |
| **6%PH+BioS** | 302.8 (24.3) $^{Ab}$ | 329.9 (20.7) $^{Ba}$ | 302.2 (36.0) $^{Ab}$ | 340.0 (20.0) $^{Aa}$ |

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| **6%PH+Tio2** | 288.7 (31.5) $^{Aa}$ | 295.3 (29.0) $^{Ca}$ | 294.9 (43.3) $^{Aa}$ | 300.4 (42.3) $^{Ba}$ |
| **6%PH+1%Tio2** | 303.3 (30.1) $^{Ab}$ | 332.9 (11.1) $^{ABa}$ | 305.2 (25.0) $^{Ab}$ | 333.1 (20.5) $^{Aa}$ |
| **6%PH+2%Tio2** | 306.9 (37.5) $^{Aa}$ | 329.3 (28.4) $^{ABa}$ | 303.0 (26.6) $^{Ab}$ | 328.2 (17.1) $^{ACa}$ |
| **6%PH+3%Tio2** | 327.3 (27.0) $^{Aa}$ | 329.3 (19.5) $^{ABa}$ | 307.6 (20.9) $^{Ab}$ | 324.6 (13.7) $^{ACa}$ |
| **35%PH** | 307.2 (25.2) $^{Aa}$ | 295.9 (21.9) $^{ACa}$ | 307.4 (37.6) $^{Aa}$ | 293.0 (21.6) $^{Ba}$ |

Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatísticas significativas entre os tipos de gel clareador para um mesmo tempo (antes ou após o clareamento) ($p < 0,05$). Letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferenças estatísticas significativas entre os tempos (antes vs. após o clareamento) para um mesmo gel e condição de luz ($p < 0,05$). ANOVA três fatores de medidas repetidas e teste de Bonferroni($\alpha$=5%).

## 4 CONCLUSÃO:

A incorporação de Biosilicato® aos géis clareadores com 6% de peróxido de hidrogênio demonstrou um efeito positivo na recuperação da microdureza do esmalte, independentemente da presença de luz. A adição isolada de $TiO_2$ também promoveu um leve aumento na microdureza, embora de forma menos expressiva, e sem interferir na ação do Biosilicato®. Entre as concentrações de fotocalisador avaliadas, as formulações com 1% e 2% de $TiO_2$ combinadas ao Biosilicato® se destacaram ao promover um aumento significativo no índice de brancura ($\Delta WI_D$), quando expostas à irradiação com luz violeta, alcançando resultados comparáveis aos do gel com 35%PH (sem luz), mesmo utilizando uma menor concentração do agente clareador. Apesar de ambas as formulações apresentarem desempenho estético similares, a combinação com 1% de $TiO_2$ demonstrou resultados mais consistentes em termos de recuperação de microdureza nos dois cenários (com e sem luz). Dessa forma, essa concentração representa um equilíbrio ideal entre eficácia estética e preservação da estrutura do esmalte.

## 5 REFERÊNCIAS:


1- Ortiz MIG, Dos Santos JJ, Rodrigues-Filho UP, Aguiar FHB, Rischka K, Lima DANL. Maintenance of enamel properties after bleaching with high-concentrated hydrogen-peroxide gel containing calcium polyphosphate sub-microparticles. Clin Oral Investig. 2023 Sep;27(9):5275-5285. doi: 10.1007/s00784-023-05147-3. Epub 2023 Aug 30. PMID: 37646909.

2- Lago ADN, Ferreira WDR, Furtado GS. Dental bleaching with the use of violet light only: Reality or Future? Photodiagnosis Photodyn Ther. 2017 Mar;17:124-126. doi: 10.1016/j.pdpdt.2016.11.014. Epub 2016 Nov 27. PMID: 27902926.

3- Kury M, Hiers RD, Zhao YD, Picolo MZD, Hsieh J, Khajotia SS, Esteban Florez FL, Cavalli V. Novel Experimental In-Office Bleaching Gels Containing Co-Doped Titanium Dioxide Nanoparticles. Nanomaterials (Basel). 2022 Aug 30;12(17):2995. doi: 10.3390/nano12172995. PMID: 36080033; PMCID: PMC9458163. (b)

4- Kury M, de Oliveira Ribeiro RA, de Souza Costa CA, Florez FLE, Cavalli V. Co-doped titanium dioxide nanoparticles decrease the cytotoxicity of experimental hydrogen peroxide gels for in-office tooth bleaching. Clin Oral Investig. 2024 Sep 25;28(10):550. doi: 10.1007/s00784-024-05916-8. PMID: 39320486.

5- Dascanio R, de Oliveira Ribeiro RA, Coelho CSS, Souza MT, Kury M, Zanotto ED, de Souza Costa CA, Cavalli V. Effectiveness and safety of biosilicate enhanced bleaching gels on enamel with early erosion lesion. J Esthet Restor Dent. 2024 Oct;36(10):1412-1425. doi: 10.1111/jerd.13271.

6- Rastelli ANS, Nicolodelli G, Romano RA, Milori DMBP, Perazzoli ILO, Ferreira EJ et al. After bleaching enamel remineralization using a bioactive glass-ceramic (BioSilicate®). Biomedical Glasses. 2016;2:1-9.