

CARACTERIZAÇÃO DO ÓXIDO DE NIÓBIO (Nb₂O₅) PARA ATUAR COMO RADIOPACIFICADOR EM PRODUTOS ODONTOLÓGICOS

Ítalo de Lima Farias (1); Francisco Nilson da Silva (2); Pascally Maria Aparecida Guerra de Araujo (3); Ana Cristina Figueiredo de Melo Costa (4); Criseuda Maria Benício Barros (5)

1, 5 - Universidade Estadual da Paraíba; 2, 3,4 – Universidade Federal de Campina Grande

italolimaf@hotmail.com

RESUMO: O objetivo deste trabalho consiste na caracterização do óxido de nióbio (Nb₂O₅) para avaliar sua indicação como material radiopacificador a ser incrementado em produtos odontológicos. Para tanto, foi obtida uma amostra comercial do Nb₂O₅ (P.A.) da empresa brasileira CBMM®, a qual foi peneirada em malha # 325mesh e caracterizada por meio de Difração de Raios X (DRX) e Análise Radiográfica na hidroxiapatita laboratorial (HAp) sintetizada pelo método úmido de precipitação. Os resultados mostraram que a amostra de óxido de nióbio comercial apresentou várias fases de apresentação, predominando a fase ortorrômbica e secundariamente a monoclinica, com tamanho de cristalito 65nm e cristalinidade 77,6%. A análise radiográfica demonstrou que a adição de óxido de nióbio na hidroxiapatita melhorou consideravelmente sua radiopacidade em comparação com a HAp pura. Desta forma, os resultados confirmam que o óxido de nióbio é um promissor agente radiopacificador para ser utilizado no processo de fabricação de produtos odontológicos, porém mais estudos para caracterização deste material devem ser realizados.

Palavras-Chave: Óxido de Nióbio, Caracterização, Radiopacidade

1. INTRODUÇÃO

O Óxido de Nióbio é um derivado do nióbio, um metal de transição que se apresenta naturalmente poroso com uma considerável área de superfície, cujas características de resistência a corrosão, resistência mecânica, termodinamicamente estável, biocompatibilidade e radiopacidade aceitáveis o tornam uma possível alternativa para uso como radiopacificador em produtos odontológicos (MESTIERI et al., 2014).

Viapina et al., (2014) avaliaram a bioatividade e caracterização química da adição de óxido de nióbio (CBMM®) e óxido de zircônia (Sigma-Aldrich®) micro e nanoparticulado como materiais radiopacificadores em resina epóxi e cimento Portland. Os resultados mostraram que apesar de o óxido de zircônia apresentar radiopacidade maior que o óxido de nióbio, não houve diferença de radiopacidade quando da incorporação destes ao cimento Portland, e todos se mostraram

biocompatíveis. Além disso, o tamanho da partícula (micro ou nanoparticulada) não afetou o valor da radiopacidade.

Mestieri et al., (2014) fizeram um estudo semelhante quando avaliaram a radiopacidade e citotoxicidade da associação de cimento Portland ao óxido de nióbio micro e nanoparticulado, verificando que os materiais testados apresentaram uma boa radiopacidade e um aumento na viabilidade celular para as amostras com óxido de nióbio.

Deve-se observar que a quantidade de agente radiopacificador adicionado aos materiais deve obedecer a um limite. Bonadio et al., (2013) avaliou a bioatividade e propriedades estruturais de um compósito de Nb_2O_5 e hidroxiapatita natural para uso em implantes. Os resultados mostraram que o limite de adição de óxido de nióbio ocorre aproximadamente aos 50 a 60% da massa total do compósito, pois influencia na precipitação do fosfato de cálcio.

Desta forma, o objetivo deste trabalho foi caracterizar o óxido de nióbio comercial, a fim de que possa ser avaliado como um material alternativo para uso como agente radiopacificador em produtos odontológicos.

2. METODOLOGIA

2.1 Preparação do material

O presente estudo utilizou óxido de nióbio P.A. (Nb_2O_5) fornecido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM®). Este foi peneirado em peneira metálica de 325 mesh com auxílio de um pincel, a fim de refinar o material para uma melhor análise (Fig.1).

Figura 1 – Esquema de preparação do óxido de nióbio



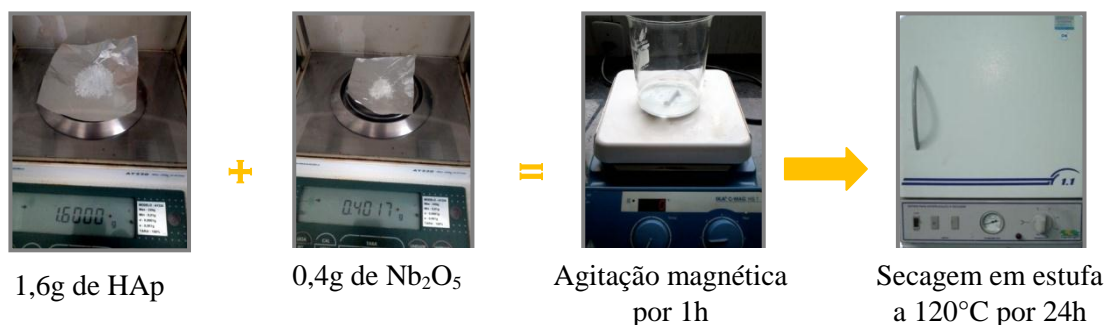
Para realização da análise radiográfica, utilizou-se como padrão de referência a Hidroxiapatita (HAp) sintetizada pelo método úmido de precipitação e calcinada a 900°C (Figura 2), um biomaterial com baixa radiopacidade de acordo com Barros (2013), a fim de avaliar a radiopacidade conferida a HAp pelo Nb_2O_5 . Para tanto, preparou-se duas amostras: HAp pura e

HAp com 20% de óxido de nióbio (1,6g de HAp + 0,4g de Nb_2O_5). A amostra HAp/Nb foi colocada em placa com agitação magnética por um período de 1h em temperatura ambiente, e colocada em estufa para secagem a 120°C por 24h (Fig. 3).

Figura 2 – Fluxograma de obtenção da HAp pelo método úmido de precipitação



Figura 3 – Fluxograma para obtenção do composto HAp/ Nb_2O_5

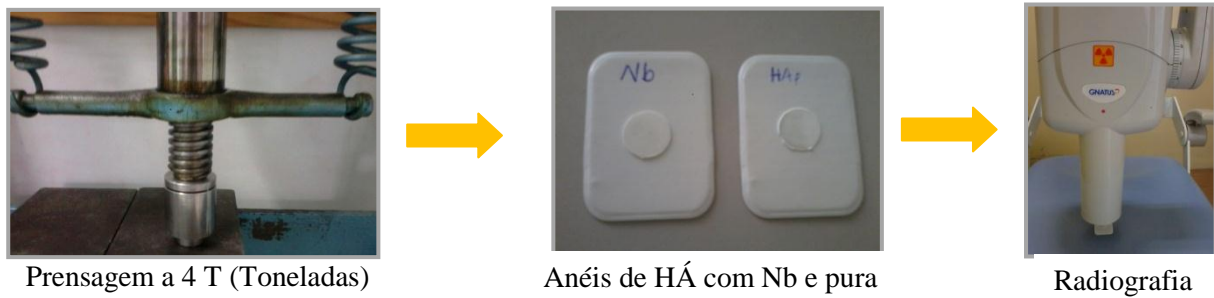


2.2 Caracterização do Nb_2O_5

As análises de difração de raios X da amostra foram conduzidas a temperatura ambiente em um equipamento Bruker D2 PHASER a um passo de 1500, no intervalo de varredura de 2θ , entre 10 e 75 graus para o óxido de bismuto, a uma taxa de $2^\circ/\text{min}$ e os resultados foram analisados no software Crystallographica®.

A análise radiográfica visa avaliar o poder de radiopacidade do material em questão. Para tanto, avaliou-se a radiopacidade do Nb_2O_5 conferida a HAp, seguindo o protocolo preconizado pela ISO 6876/2001, onde espécimes padronizadas medindo 10mm de diâmetro e 1mm de espessura foram confeccionados em prensas, colocados sobre um filme radiográfico oclusal e radiografados (Fig. 3). O equipamento utilizado foi um aparelho de raios X da marca Gnatus®, com angulação de 90° e tempo de exposição de 0,32 ms (milissegundos).

Figura 3 – Fluxograma de avaliação radiográfica da mistura HAp/Nb₂O₅



3. RESULTADOS

A Fig. 4 ilustra o resultado do difratograma de raios x da amostra de óxido de nióbio comercial analisada. Pode-se observar que a amostra do Nb₂O₅ analisada mostrou a formação do Óxido de Nióbio Ortorrômico (Ficha do Crystallographica 71- 465) e do Óxido de Nióbio Monoclínico - Bi₂O₃CO₂ em menor quantidade (Ficha do Crystallographica 1- 884), com tamanho de cristalito 65 nm e cristalinidade 77,6 %.

A Fig. 5 evidencia o resultado das análises radiográficas realizadas sobre as pastilhas dos materiais testados. Na figura A (pastilha de HAp pura), pode-se perceber com baixíssima nitidez a radiopacidade da pastilha de HAp, diferentemente da figura B (pastilha de Hap + 20% de Nb₂O₅), onde pode-se observar com nitidez a pastilha radiografada. Desta forma, a hidroxiapatita com óxido de nióbio (Fig. B) mostrou-se mais radiopaca que a hidroxiapatita sem óxido de nióbio.

Figura 4 – Difratogramas de Raios X (DRX): (a) Ficha padrão de óxido de nióbio ortorrômico, (b) Ficha padrão de óxido de nióbio monoclínico, (c) Amostra comercial de óxido de nióbio analisada.

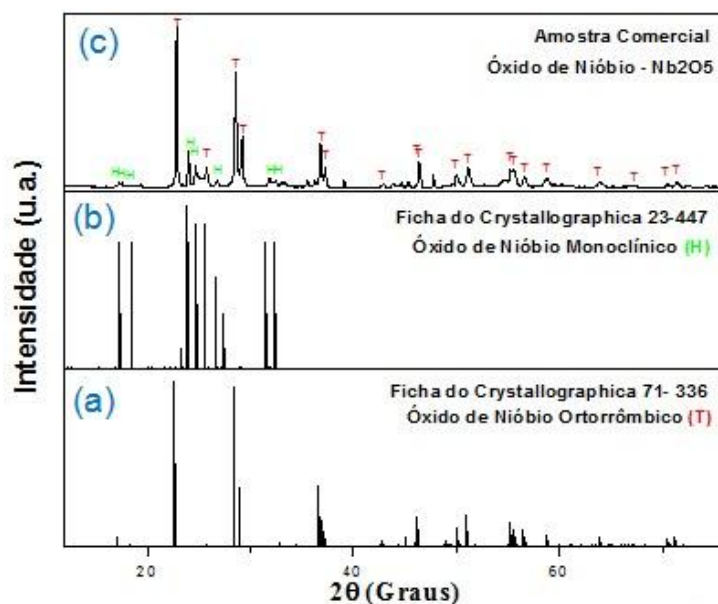


Figura 5 – Radiografias dos produtos analisados: **A** – HAp pura; **B** – Hap + 20% de Nb₂O₅



4. DISCUSSÃO

A busca por novos materiais que atuem como radiopacificadores em materiais odontológicos tem como prerrogativa a influência destes nas propriedades do material, de forma que o radiopacificador seja um material biocompatível e inerte, não prejudicando as propriedades dos compostos. Desta forma, avaliou-se o óxido de bismuto como promissor radiopacificador.

O Nb₂O₅ comercial avaliado apresentou-se na forma de um pó de cor branca, e foi caracterizado no DRX sem sofrer nenhum tratamento. É importante ressaltar que numa revisão de literatura, Nico et al., (2016) destacaram que o pentóxido de nióbio é a forma mais termodinamicamente estável do sistema nióbio-oxigênio, apresentando-se geralmente na forma de um pó de cor branca ou transparente.

O Óxido de nióbio pode-se apresentar em várias fases: Ortorrômbica, Monoclínica, Tetragonal, e Pseudohexagonal. A análise dos difratogramas de raios X demonstraram que o óxido de nióbio comercial avaliado apresentou predominantemente as fases ortorrômbica em primeira fase e monoclínica em segunda fase. Porém, segundo Nico et al., (2016), dentre todas as fases polimorfas e óxidos de nióbio em geral, a fase monoclínica é mais comum e mais estudada por sua estabilidade termodinâmica.

Com relação a análise da radiopacidade, elegeu-se um biomaterial odontológico facilmente produzido em laboratório: a Hidroxiapatita (HAp), utilizada em procedimentos de reparação de tecidos mineralizados como ossos e dentes. Porém, a HAp não possui um valor de radiopacidade considerável que permita sua avaliação quando *in vivo* (BARROS, 2013). Desta forma, sintetizou-se a HAp pelo método úmido de precipitação para ser utilizada como parâmetro de avaliação da propriedade de radiopacidade conferida pela adição de 20% de óxido de nióbio em sua composição.

Os resultados mostraram que a hidroxiapatita com 20% de óxido de nióbio é facilmente distinguida radiograficamente em comparação com a HAp pura. Estes resultados estão de acordo com os estudos de Leitune et al., (2013) quando caracterizou o pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) a fim de utilizá-lo em resinas dentárias adesivas, constatando que sua incorporação nas resinas aumentaram sua radiopacidade, microdureza e taxa de polimerização.

5. CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que o óxido de nióbio é um promissor material radiopacificador que pode ser acrescentado em materiais odontológicos, porém, mais estudos são necessários para sua caracterização e avaliação de suas propriedades físico-químicas e de biocompatibilidade.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BARROS, C. M. B. **Estudo in vivo da hidroxiapatita no cimento endodôntico e seu efeito osteocondutor em ratos Wistar (rattus norvegicus)**. Campina Grande, 2013. 172p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2013.

BONADIO, T. G. M; SATO, F; MEDINA, A. N; et al. Bioactivity and structural properties of nanostructured bulk composites containing Nb_2O_5 and natural hydroxyapatite. **Journal of Applied Physics**, v. 113, n.22, Jun. 2013.

LEITUNE, V. C. B; COLLARES, F. M; TAKIMI, A; et al. Niobium pentoxide as a novel filler for dental adhesive resin. **Journal of Dentistry**, v. 41, n. 2, p. 106-113, Fev. 2013.

MATSUNO, H; YOKOYAMA, A; WATARI, F; et al. Biocompatibility and osteogenesis of refractory metal implants, titanium, hafnium, niobium, tantalum and rhenium. **Biomaterials**, v. 22, n. 11, p. 1253-1262, Jun. 2001.

MESTIERI, L. B; TANOMARU-FILHO, M; GOMES-CORNÉLIO, A. L; et al. Radiopacity and cytotoxicity of Portland cement associated with niobium oxide micro and nanoparticles. **J Appl Oral Sci**, v. 22, n. 6, p. 554-559, Nov/Dez. 2014.

NICO, C; MONTEIRO, T; GRAÇA, M. P. F. Niobium oxides and niobates physical properties: Review and prospects. **Progress in Materials Science**, v. 80, n. 1, p. 1-37, Jul. 2016.

VIAPINA, R; GUERREIRO-TANOMARU, J. M; HUNGARO-DUARTE, M. A; et al. Chemical characterization and bioactivity of epoxy resin and Portland cement-based sealers with niobium and zirconium oxide radiopacifiers. **Dental Materials**, v. 30, n.9, p. 1005-1020, Abr/Mai. 2014.