



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102019027250-3 A2



(22) Data do Depósito: 19/12/2019

(43) Data da Publicação Nacional: 29/06/2021

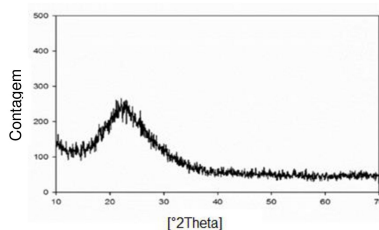
(54) **Título:** PARTÍCULA, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE PARTÍCULA, USO DA MESMA, RESINA COMPOSTA, CIMENTO ODONTOLÓGICO FOTOPOLIMERIZÁVEL E ADESIVO DENTINÁRIO

(51) **Int. Cl.:** C04B 35/14; C01G 33/00; C08K 3/34; A61K 6/00.

(71) **Depositante(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL.

(72) **Inventor(es):** GABRIELA DE SOUZA BALBINOT; VICENTE CASTELO BRANCO LEITUNE; FABRICIO MEZZOMO COLLARES.

(57) **Resumo:** PARTÍCULA, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE PARTÍCULA, USO DA MESMA, RESINA COMPOSTA, CIMENTO ODONTOLÓGICO FOTOPOLIMERIZÁVEL E ADESIVO DENTINÁRIO. A presente invenção trata da síntese de partículas de silicato de nióbio pelo método sol-gel e a aplicação destas partículas em materiais compósitos odontológicos. As partículas são produzidas a partir da hidrólise do tetraetilortossilicato em meio ácido para a produção do sol, que é modificado pela adição de pentacloreto de nióbio. O sol é mantido em temperatura controlada por 5-15 dias e após esse tempo, passa por processo térmico entre 70 e 600°C. A partir disso, as partículas podem ou não passar por processo de moagem em moinho analítico para a inserção em diferentes materiais com matriz polimérica. Estas partículas podem ser aplicadas em resinas compostas, resinas adesivas, selantes dentinários, infiltrantes resinosos, cimentos endodônticos e cimentos fotoativáveis e duais para cimentação de peças protéticas.



Relatório Descritivo de Patente de Invenção

PARTÍCULA, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE PARTÍCULA, USO DA
MESMA, RESINA COMPOSTA, CIMENTO ODONTOLÓGICO
FOTOPOLIMERIZÁVEL E ADESIVO DENTINÁRIO

Campo da Invenção

[0001] A presente invenção descreve o processo para a produção de partículas de silicato de nióbio pelo método sol-gel e seu uso em compósitos para uso biomédico e odontológico. A presente invenção se situa no campo da Química e das Ciências da Saúde.

Antecedentes da Invenção

[0002] Atualmente a grande parte das cargas inorgânicas utilizadas em compósitos odontológicos não possui bioatividade, o que é demonstrado no presente invento. Comercialmente, existe um produto que apresenta um vidro de fluoralumínio silicato como carga (Resina Beautifil II – Shofu- Kyoto, Japão), com a intenção de induzir a remineralização de tecidos dentários. As propriedades mecânicas e a degradação do material, no entanto, são dados como um problema destes materiais e isso se deve à pobre interação destas partículas com a porção polimérica do compósito. Tais partículas são muito semelhantes às usadas em cimentos de ionômero de vidro, desenvolvidos no início dos anos de 1970.

[0003] Diferentes cargas inorgânicas vêm sendo estudadas com a finalidade de liberar íons bioativos para remineralização de tecidos duros, contudo as propriedades mecânicas destes materiais são afetadas por problemas de interação entre a matriz resinosa e a carga inorgânica, uma vez que estas cargas não apresentam boa interação com os agentes utilizados para fazer essa união. Além disso, estas partículas frequentemente possuem índices de refração diferentes dos polímeros utilizados o que pode prejudicar a passagem de luz e piorar as propriedades físicas, mecânicas e ópticas do material.

[0004] Os silicatos são compostos constituídos majoritariamente por sílica e já

são utilizados como cargas em resinas compostas, uma vez que a sílica possui uma interação satisfatória com os agentes de união utilizados nas resinas compostas, permitindo que as tensões sejam adequadamente dissipadas na interface entre a carga inorgânica e a matriz resinosa do compósito. Além disso, os silicatos possuem índice de refração semelhante ao dos polímeros utilizados, permitindo adequada passagem de luz durante a polimerização das resinas compostas.

[0005] O nióbio é um mineral com potencial para favorecer a remineralização de tecidos duros humanos e sua capacidade de deposição mineral já foi testada em diferentes biomateriais.

[0006] Na busca pelo estado da técnica em literaturas científica e patentária, foram encontrados os seguintes documentos que tratam sobre o tema:

[0007] O documento JP2013203688 descreve a produção de carga inorgânica para resina composta, com composição de sílica produzida por pulverização. A patente associa à sílica metais como estrôncio, lantânio, bário e zircônia.

[0008] O documento US20050176843 descreve a produção de compósitos inorgânicos para conferir radiopacidade. As partículas são produzidas pelo método baseado em chamas e são silicatos combinados com algum dos seguintes elementos: Y, La, Ta, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Yb, Lu.

[0009] O documento GB200618963 descreve a produção de compósitos reativos que podem conter cargas inorgânicas de sílica. A reatividade do material desenvolvido compreende ação antimicrobiana, ação sobre o DNA e capacidade de consumo de água.

[0010] O documento CA2233408 descreve compósito a base de ionômero de vidro, onde são utilizadas cargas inorgânicas compostas de fluoralumínio silicato. O documento difere da presente invenção pela aplicação ser feita em material diferente e a composição de carga inorgânica ser diferente.

[0011] O documento CN104490609 descreve a modificação da superfície de nanopartículas de sílica e grafeno com polímeros metacrilatos para aplicação em compósitos dentais.

[0012] O documento JP2015137251 descreve uma produção de cargas de sílica combinadas com polímeros orgânicos para aplicação em compósitos dentais.

[0013] O documento US1306913 descreve uma produção de partículas vítreas para aplicação em compósitos odontológicos produzidos por calcinação a baixa temperatura de polímeros inorgânicos em gel seguido por pulso de tratamento em altas temperaturas.

[0014] O documento WO9920225 descreve a produção de um compósito odontológico contendo partículas vítreas produzidas por método de moagem de fibras de vidro em baixas temperaturas.

[0015] O documento EP3072498 descreve compósitos dentais contendo cargas inorgânicas porosas como SBA-15, MCM-48, MSU-H e MCM-41.

[0016] O documento US20180015004 descreve uma produção de cargas para compósitos a base de cerâmica feldspática, uma partícula combinada com componentes como Al, K e Na.

[0017] O documento WO201534881 descreve a produção de partículas porosas de sílica combinada com óxidos como alumina, zinco, titânia, zircônia, hafnia, yttria, boemita, fluoretos, fosfatos de cálcio e hidroxiapatita.

[0018] O documento CA2254649 descreve a invenção de compósitos dentais contendo cargas inorgânicas com capacidade de liberar íons como Ca, P e OH.

[0019] O documento EP3053571 descreve a produção de partículas de sílica por fluxo de gás pulsante combinada com óxidos como alumina, zinco, titânio, zircônia, tungstênio, itérbio, bismuto, bário, estrôncio, prata, tântalo, lantânio, boro e cério.

[0020] O documento DE102005051387 descreve a produção de partículas vítreas a base de sílica contendo alumina, zinco, titânio, zircônia, tungstênio, itérbio, bismuto, bário, estrôncio, prata, tântalo, lantânio, boro e cério.

[0021] O documento RU94021160 descreve a preparação de cristais de silicato de nióbio pela síntese hidrotermal.

[0022] O documento BR200006787 descreve a síntese por sol-gel de

partículas vítreas, mas não descreve: a composição dos vidros produzidos, o método utilizado na síntese sol-gel e não inclui o nióbio entre as opções de modificadores minerais.

[0023] Assim, do que se depreende da literatura pesquisada, não foram encontrados documentos antecipando ou sugerindo os ensinamentos da presente invenção, de forma que a solução aqui proposta possui novidade e atividade inventiva frente ao estado da técnica.

[0024] A solução aqui proposta visa a prover partícula apresentando bioatividade e boas propriedades mecânicas.

Sumário da Invenção

[0025] Dessa forma, a presente invenção resolve o problema do estado da técnica a partir da maior bioatividade e adequada interação de partículas bioativas com a matriz polimérica de compósitos odontológicos, permitindo que estes materiais sejam capazes de auxiliar na remineralização de tecidos dentais, sem alteração das propriedades do material, o que ocorre com outras partículas bioativas, além de ser uma alternativa de menor custo.

[0026] O presente invento trata da formulação de um composto que une as propriedades dos silicatos com as do nióbio.

[0027] Como conceito inventivo, a presente invenção apresenta os seguintes objetos:

[0028] Em um primeiro objeto tem-se a partícula compreendendo ligações Si-O-Nb, estar na forma de pó vítreo e possuindo tamanho na faixa de 100 nm a 100 μ m e área de superfície média entre 1 m²/g e 1000 m²/g..

[0029] Em um segundo objeto tem-se o processo para a produção de partícula, definida no primeiro objeto, compreendendo o método sol-gel.

[0030] Como um terceiro objeto, a presente invenção compreende o uso da partícula compreendendo aplicação em materiais odontológicos, médicos, farmacêuticos.

[0031] Em um quarto objeto tem-se resina composta compreendendo a partícula definida no primeiro objeto.

[0032] Em um quinto objeto tem-se cimento odontológico fotopolimerizável compreendendo a partícula definida no primeiro objeto na faixa de 50 a 65%.

[0033] Em um sexto objeto, a presente invenção apresenta adesivo dentinário compreendendo a partícula definida no primeiro objeto na faixa de 1 a 2%.

[0034] Estes e outros objetos da invenção serão imediatamente valorizados pelos versados na arte e serão descritos detalhadamente a seguir.

Breve Descrição das Figuras

[0035] As seguintes figuras são apresentadas:

[0036] A Figura 1 apresenta a caracterização do pó obtido após o processo, quanto à difração de raios-X.

[0037] A Figura 2 apresenta as ligações químicas observadas entre o Nb-O-Si, caracterizando a formação de silicato de nióbio.

[0038] A Figura 3 apresenta uma imagem por microscopia das partículas de silicato de nióbio obtidas, em que é possível se observar seu formato irregular.

[0039] A Figura 4 apresenta três gráficos mostrando a cinética de polimerização das resinas compostas contendo silicato de nióbio.

[0040] A Figura 5 mostra a média do pH após imersão em água destilada em diferentes tempos de avaliação.

[0041] A Figura 6 apresenta imagens da deposição mineral nas amostras após 7, 14 e 28 dias de imersão em fluido corporal simulado.

[0042] A Figura 7 mostra os gráficos de cinética de polimerização dos cimentos contendo partículas de silicato de nióbio.

[0043] A Figura 8 apresenta os gráficos de cinética de polimerização dos adesivos produzidos com partículas de silicato de nióbio.

Descrição Detalhada da Invenção

[0044] O presente invento trata do desenvolvimento de materiais compósitos com atividade terapêutica, buscando agregar a estes materiais o potencial de redução da cárie secundária, por meio de estratégias que promovam a remineralização na interface dente-restauração. Essa remineralização de tecidos dentários pode ser obtida pela incorporação de cargas bioativas, como

a demonstrada no presente invento, à matriz resinosa.

[0045] A presente invenção provê a produção de compósitos com potencial atividade remineralizante sem alteração das propriedades do material, o que ocorre com outras partículas bioativas.

[0046] Em um primeiro objeto tem-se a partícula compreendendo ligações Si-O-Nb, estar na forma de pó vítreo e possuindo tamanho na faixa de 100 nm a 100 μm e área de superfície média entre 1 m^2/g e 1000 m^2/g .

[0047] Em uma realização, a partícula compreende formato irregular e tamanho médio entre 100 nm a 100 μm , opcionalmente de 2,054 μm , e, área de superfície média entre 1 m^2/g e 1000 m^2/g , opcionalmente de 616,6 m^2/g .

[0048] Em um segundo objeto, a presente invenção apresenta o processo para a produção de partículas de silicato de nióbio compreendendo o método sol-gel.

[0049] Em uma realização, o processo compreende as etapas de:

- a) hidrólise
- b) adição de modificador mineral
- c) produção do sol e geleificação
- d) tratamento térmico.

[0050] Em uma realização, o processo compreende opcionalmente a etapa adicional:

- e) moagem para inserção nas resinas.

[0051] Em uma realização, a hidrólise de tetraetilortosilicato da etapa (a) ocorre com ácidos compreendidos do grupo de ácido nítrico, ácido cítrico, ácido fluorídrico, ácido fosfórico, ácido acético e ácido clorídrico 1M, opcionalmente o ácido é ácido clorídrico 1M.

[0052] Em uma realização, a proporção de água:tetraetilortosilicato é de 1:10 a 10:1, preferencialmente a proporção é de 1:10.

[0053] Em uma realização, a etapa (b) tem adição de modificador de reação selecionado do grupo compreendido de pentacloro de nióbio ou oxalato de nióbio amoniacal à mistura, e agitação na faixa de 120 a 1800 rpm por 10 min a

24 h, opcionalmente 1h.

[0054] Em uma realização, a etapa (c) compreende descanso da mistura em temperatura ambiente até que o gel seja formado, o tempo variando entre 20 min a 14 dias.

[0055] Em uma realização, a etapa (d) compreende submissão do gel à tratamento térmico entre 70-600°C.

[0056] Em uma realização, o dito tratamento térmico é dividido em fase inicial na faixa de 70 a 120°C, opcionalmente 100°C e a fase posterior na faixa de 400 a 600°C, opcionalmente 500°C para a queima final.

[0057] Em uma realização, a etapa (e) compreende moagem do pó obtido, em que a moagem compreende ser manualmente, em moinho analítico, de bolas, giratório, de disco ou de martelo para inserção em resinas.

[0058] Como um terceiro objeto, a presente invenção compreende o uso da partícula, compreendendo aplicação em materiais odontológicos, médico, farmacêutico.

[0059] Em uma realização, o uso compreende aplicação na área odontológica, em resinas compostas, resinas adesivas, selantes dentinários, infiltrantes resinosos, cimentos endodônticos, cirúrgicos e cimentos fotoativáveis e duais para cimentação de peças protéticas ou outros materiais compósitos na área biomédica.

[0060] Em um quarto objeto tem-se resina composta, compreendendo a partícula de silicato de nióbio definida no primeiro objeto e suas realizações.

[0061] Em um quinto objeto tem-se cimento odontológico fotopolimerizável, compreendendo a partícula de silicato de nióbio, na faixa de 50 a 65%.

[0062] Em um sexto objeto, tem-se adesivo dentinário, compreendendo a partícula de silicato de nióbio, na faixa de 1 a 2%.

Exemplos

Exemplo 1 – Produção das partículas de silicato de nióbio

[0063] O silicato de nióbio foi produzido pelo método sol-gel. Como precursor da reação foi utilizado o Tetraetilortosilicato (TEOS). A hidrólise foi realizada

com a mistura de 9,1 mL de TEOS e 100 mL de ácido clorídrico 1M. Após este período, foi utilizado 0,0789 g de pentacloreto de nióbio (NbCl_5) como modificador da reação. O NbCl_5 foi adicionado a mistura em agitador magnético e mantido sob agitação durante 1h.

[0064] Após esse período o sol foi mantido em temperatura ambiente por 5-15 dias para geleificação e o gel foi submetido à tratamento térmico entre 70°C e 600°C. O pó obtido pode ou não ser moído em moinho analítico para inserção nas resinas.

Exemplo 2 – Caracterização das partículas

[0065] O pó obtido foi caracterizado quanto à difração de raio-X (Figura 1), sendo obtida uma partícula vítrea, o que é importante para a passagem da luz pelo material no momento em que este é fotocurado para a aplicação em restaurações dentais.

[0066] Além disso, foram observadas ligações químicas entre o Nb-O-Si (Figura 2) caracterizando a formação de silicato de nióbio. As partículas obtidas apresentam-se com formato irregular (Figura 3) e possuem tamanho médio de 2,054 μm com área de superfície média de 616,6 m^2/g .

Exemplo 3 – Aplicação das partículas

[0067] As partículas desenvolvidas foram adicionadas às resinas compostas, cimentos odontológicos fotoativáveis e adesivos dentinários.

Resina Composta

[0068] As partículas desenvolvidas foram incorporadas à resinas compostas para restaurações dentárias. A adição das partículas desenvolvidas não alterou a conversão de monômeros dos materiais desenvolvidos. A conversão ocorreu de forma mais lenta para os grupos que tiveram a adição das partículas de silicato de nióbio com maior taxa máxima de polimerização quando comparado aos grupos utilizados como controle. As partículas não promoveram citotoxicidade quando incorporadas a estas resinas compostas e não afetaram a resistência à flexão dos materiais. O índice de refração das resinas contendo silicato de nióbio variou entre 1,43 e 1,45 na faixa espectral entre 320nm-

480nm. A radiopacidade das resinas avaliadas foi de 1,39 mmAl (Tabela 1, Figura 4). As resinas produzidas com as partículas de silicato de nióbio apresentaram dureza inicial de 54,71 com redução para 48,20 após amolecimento em álcool (Tabela 2). As resinas produzidas com partículas de silicato de nióbio resultaram em aumento de pH quando imersas em água (Figura 5).

Tabela 1. Grau de conversão, citotoxicidade, resistência à flexão, índice de refração e radiopacidade das resinas compostas contendo silicato de nióbio.

	Grau de Conversão (%)	Citotoxicidade (%)	Resistência a Flexão (MPa)	Índice de Refração	Radiopacidade (mmAL)
SiNb	52,49 (± 1,36) ^A	102,06 (± 3,96) ^A	77,00 (±15,53) ^A	1,43-1,45	1,39 (± 0,15) ^B
SiBa	48,32 (± 4,50) ^A	82,51 (± 6,92) ^B	71,30 (±11,95) ^A	1,50-1,52	2,14 (± 0,22) ^A
Resina sem carga	-	-	-	1,52-1,53	-

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatística entre os grupos (mesma coluna)

Tabela 2. Amolecimento em solvente após imersão das resinas compostas produzidas com silicato de nióbio em álcool.

	KHN1	KHN2	%KHN
SiNb	54,71 (±16,67) ^{Aa}	48,20 (±13,16) ^a	12,61 (±4,84) ^A

SiBa	44,05 ($\pm 5,02$) ^{Aa}	37,95 ($\pm 1,64$) ^a	13,36 ($\pm 7,11$) ^A
------	------------------------------------	-----------------------------------	-----------------------------------

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatística entre os grupos (mesma coluna)

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatística entre diferentes análises no mesmo grupo (mesma linha)

Cimento Odontológico Fotopolimerizável

[0069] Os cimentos odontológicos fotopolimerizáveis contendo silicato de nióbio foram testados com duas concentrações distintas: 50 e 65% em peso. Maior concentração de silicato de nióbio resultou em maior diferença no índice de refração quando comparado à base resinosa sem nenhuma carga inorgânica. A polimerização iniciou de forma mais lenta para os grupos contendo silicato de nióbio e a taxa de polimerização foi menor para estes materiais. O grau de conversão, contudo, foi semelhante para ambos os grupos. A radiopacidade dos cimentos foi menor para o grupo contendo silicato de nióbio quando comparado ao controle e os cimentos contendo silicato de nióbio apresentaram menor espessura de filme, apresentando valores em concordância com a ISO 4049:2009. Houve menor amolecimento em solvente nos grupos contendo silicato de nióbio e a adição das partículas desenvolvidas apresentou resultados de resistência à flexão comparáveis às do grupo controle. Após seis meses de armazenamento, a resistência à flexão dos materiais diminuiu. A análise da resistência de união ao microcilhamento apresentou maiores valores para o grupo contendo 65% de silicato de nióbio na análise imediata com redução após 6 meses de armazenamento. Os cimentos foram avaliados quanto à diferença de cor imediatamente após seu preparo e após 6 meses em água. A alteração de cor foi menor para os cimentos contendo silicato de nióbio em comparação ao controle.

Tabela 3: Índice de refração, grau de conversão, taxa de polimerização,

radiopacidade e espessura de película dos cimentos formulados com silicato de nióbio.

	Índice de refração	Grau de conversão (%)	Radiopacidade (mmAl)	Espessura de filme (µm)
SiNb 50%	1.52 - 1.48	65,07 (±1,5) ^A	1.13 (±0.1) ^C	16.66 (±5.7) ^A
SiNb 65%	1.54 - 1.51	66,58 (±7,9) ^A	1.23 (±0.1) ^C	20.00 (±6.9) ^A
SiBa 50%	1.50 - 1.45	55,30 (±0,9) ^B	2.08 (±0.2) ^B	36.33 (±5.6) ^B
SiBa 65%	1.52 - 1.47	56,8 (±1,7) ^B	2.98 (±0.1) ^A	36.33 (±5.6) ^B
Agente de cimentação livre de cimentação	1.50 - 1.48	-	-	-

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatística entre os grupos (mesma coluna)

Tabela 4: Média dos valores de dureza antes e após a imersão dos cimentos em álcool. A porcentagem de redução da dureza indica o amolecimento em solvente do material.

	KHN1	KHN2	ΔKHN (%)
SiNb 50%	26,04 (±1,8) ^{Aa}	24,12 (±1,7) ^a	7,32 (± 3,6) ^A
SiNb 65%	40,7 (±7,6) ^{Aa}	35,58 (±4,7) ^a	11,98 (± 5,1) ^A
SiBa 50%	32,15 (±9,2) ^{Aa}	19,42 (±2,5) ^b	37,31(±14,4) ^B
SiBa 65%	37,27(±10,4) ^{Aa}	18,15 (±0,2) ^b	48,02 (±17,4) ^B

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatística entre os grupos (mesma coluna)

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatística entre diferentes análises no mesmo grupo (mesma linha)

Tabela 5: Média dos valores de ΔL^* , Δa^* , Δb^* e ΔE analisados no teste de colorimetria dos cimentos antes e após imersão em água.

	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE
SiNb 50%	1	0,6	- 2,7	4,3 ^A
SiNb 65%	2	0,1	- 2	4,005 ^A
Vidro de Bário 50%	- 7	1	0,7	25,24 ^B
Vidro de Bário 65%	- 6	0,5	- 0,4	18,2 ^B

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatística entre os grupos (mesma coluna)

Tabela 6: Resistência à flexão e resistência ao comicrocissalhamento imediatamente e após 6 meses de análise.

	FS (24h)	FS (6m)	μSBS (1w)	μSBS (6m)
SiNb 50%	57.06 (± 6.2) ^{Aa}	41.04 (± 5.9) ^{Bb}	21.01 (± 6.1) ^{Ca}	18.34 (± 4.7) ^{Ba}
SiNb 65%	54.29 (± 3.2) ^{Aa}	39.04 (± 3.2) ^{Bb}	45.22 (± 5.8) ^{Aa}	36.83 (± 5.3) ^{Ab}
Vidro de bário 50%	59.96 (± 5.1) ^{Aa}	51.02 (± 6.5) ^{Ab}	24.19 (± 6.4) ^{Ca}	21.08 (± 6.2) ^{Ba}
Vidro de bário 65%	57.65 (± 6.8) ^{Aa}	48.57 (± 3.7) ^{Ab}	31.14 (± 6.1) ^{Ba}	24.79 (± 4.8) ^{Bb}

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatística entre os grupos (mesma coluna)

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatística entre diferentes análises no mesmo grupo (mesma linha)

Adesivo Dentinário

[0070] As partículas de silicato de nióbio foram incorporadas a adesivos

dentinários nas concentrações de 1% e 2%. A adição destas partículas não resultou em alteração no grau de conversão e no amolecimento em solvente dos materiais desenvolvidos. Houve redução da taxa de polimerização dos materiais desenvolvidos. A resistência do material não foi alterada pela adição das partículas e com 2% de silicato de nióbio houve aumento da resistência ao microcissalhamento. A incorporação de partículas de silicato de nióbio não alterou a viabilidade de células de polpa dos materiais desenvolvidos.

Tabela 7: grau de conversão e amolecimento em solvente dos adesivos desenvolvidos contendo as partículas de silicato de nióbio.

Group	DC (%)	KHN1	KHN2	ΔKHN (%)
G_{CTRL}	65,61 (±3,33) ^A	18,41 (±00,68) ^{Aa}	09,66 (±00,38) ^b	47,47 (±01,42) ^A
G_{SiNb1%}	64,50 (±3,08) ^A	17,06 (±00,97) ^{Aa}	08,62 (±01,09) ^b	49,36 (±08,27) ^A
G_{SiNb2%}	65,29 (±1,10) ^A	22,08 (±00,99) ^{Ba}	10,00 (±02,33) ^b	54,71 (±12,14) ^A

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatística entre os grupos (mesma coluna)

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatística entre diferentes análises no mesmo grupo (mesma linha)

Tabela 8: Resistência à tração, resistência ao microcissalhamento, índice de refração e viabilidade celular dos adesivos dentinários desenvolvidos.

Grupo	Resistencia à tração (MPa)	Resistencia de união ao microcissalhamento (MPa)	Índice de refração		Viabilidade celular (%)
			min	max	

G_{CTRL}	18,20 (±07,15) ^A	24,00 (±05,81) ^B	01,49	01,50	84,58 (±11,99) ^A
G_{SiNb1%}	19,89 (±06,01) ^A	25,00 (±10,34) ^B	01,48	01,55	88,02 (±07,67) ^A
G_{SiNb2%}	18,13 (±09,79) ^A	33,00 (±09, 18) ^A	01,50	01,54	87,99 (±07,45) ^A

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatística entre os grupos (mesma coluna)

[0071] Os versados na arte valorizarão os conhecimentos aqui apresentados e poderão reproduzir a invenção nas modalidades apresentadas e em outras variantes e alternativas, abrangidas pelo escopo das reivindicações a seguir.

Reivindicações

1. Partícula, **caracterizada por** compreender ligações Si-O-Nb, estar na forma de pó vítreo e possuir tamanho médio na faixa de 100 nm a 100 µm e área de superfície média entre 1 m²/g e 1000 m²/g.

2. Partícula, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada por** compreender tamanho médio entre 100 nm a 100 µm, opcionalmente de 2,054 µm, e, área de superfície média entre 1 m²/g e 1000 m²/g, opcionalmente de 616,6 m²/g.

3. Processo para a produção de partícula, conforme definida na reivindicação 1 ou 2, **caracterizado por** compreender o método sol-gel.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado por** compreender as etapas:

- a) hidrólise;
 - b) adição de modificador mineral;
 - c) produção do sol e geleificação;
 - d) tratamento térmico; e
 - e) moagem para inserção nas resinas,
- em que a etapa (e) é opcional.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado pela** etapa (a) compreender hidrólise de tetraetilortosilicato com ácido compreendido do grupo: ácido nítrico, ácido cítrico, ácido fluorídrico, ácido fosfórico, ácido acético e/ou ácido clorídrico 1M.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 5, **caracterizado pela** hidrólise de tetraetilortosilicato ocorrer na proporção de água : tetraetilortosilicato de 1:10 a 10:1, opcionalmente a proporção é de 1:10.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado pela** etapa (b) compreender adição de modificador de reação selecionado do grupo compreendendo: pentacloro de nióbio e/ou oxalato de nióbio amoniacal a mistura e agitação na faixa de 120 a 1800 rpm por 10 min a 24h,

opcionalmente a mistura ocorre por 1h.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado pela** etapa (c) compreender descanso da mistura em temperatura ambiente até que o gel seja formado, o tempo variando entre 20 min a 14 dias.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado pela** etapa (d) compreender submissão do gel à tratamento térmico entre 70-600°C, em que o dito tratamento térmico é dividido em fase inicial na faixa de 70 a 120°C, opcionalmente 100°C e, a fase posterior na faixa de 400 a 600°C, opcionalmente 500°C para a queima final.

10. Uso da partícula, conforme definida na reivindicação 1 ou 2, **caracterizada por** compreender aplicação em materiais odontológicos, médico, farmacêutico, agronegócio.

11. Uso, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizado por** ser em resinas compostas, resinas adesivas, selantes dentinários, infiltrantes resinosos, cimentos endodônticos, cirúrgicos e cimentos fotoativáveis e duais para cimentação de peças protéticas ou outros materiais compósitos na área biomédica.

12. Composição, **caracterizada por** compreender a partícula, conforme definida na reivindicação 1 ou 2.

13. Resina composta, **caracterizada por** compreender a partícula de silicato de nióbio.

14. Cimento odontológico fotopolimerizável, **caracterizado por** compreender a partícula de silicato de nióbio, conforme definida na reivindicação 1 ou 2.

15. Adesivo dentinário, **caracterizado por** compreender a partícula de silicato de nióbio, conforme definida na reivindicação 1 ou 2.

Figuras

Figura 1

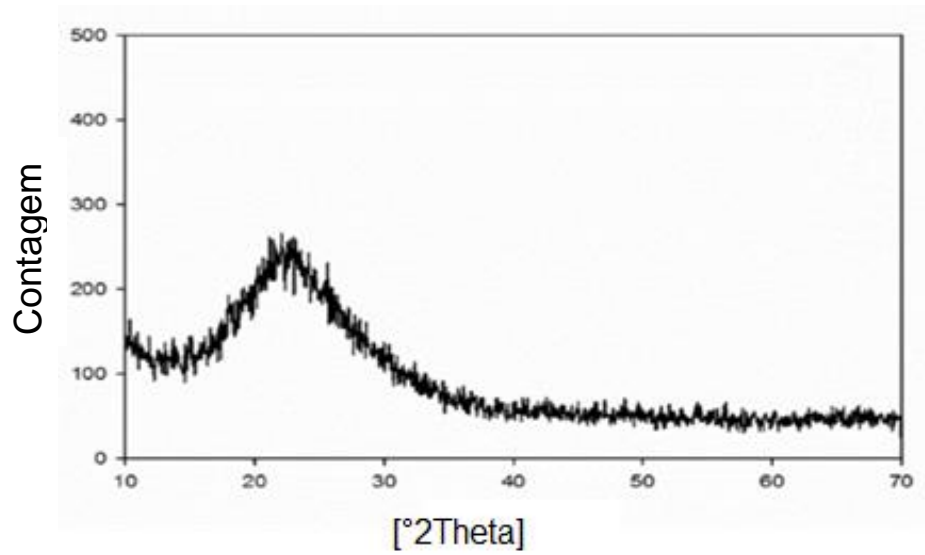


Figura 2

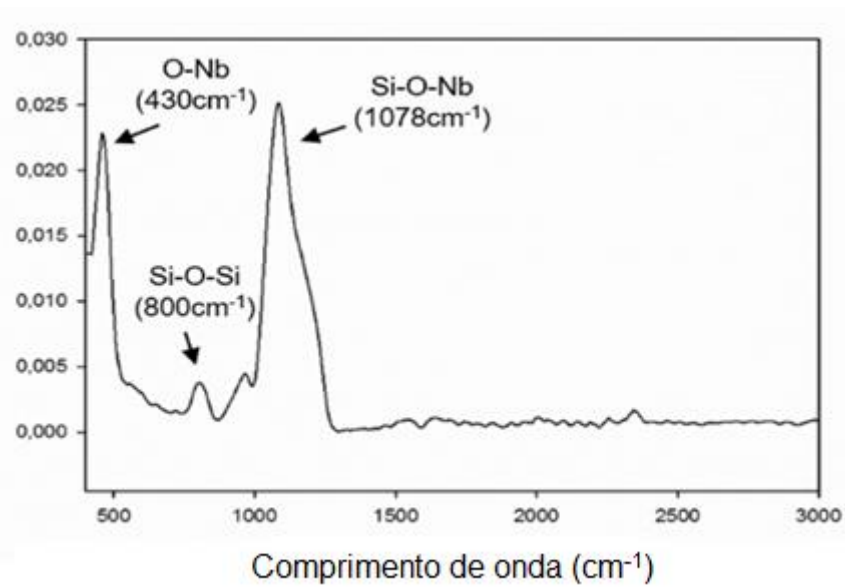


Figura 3

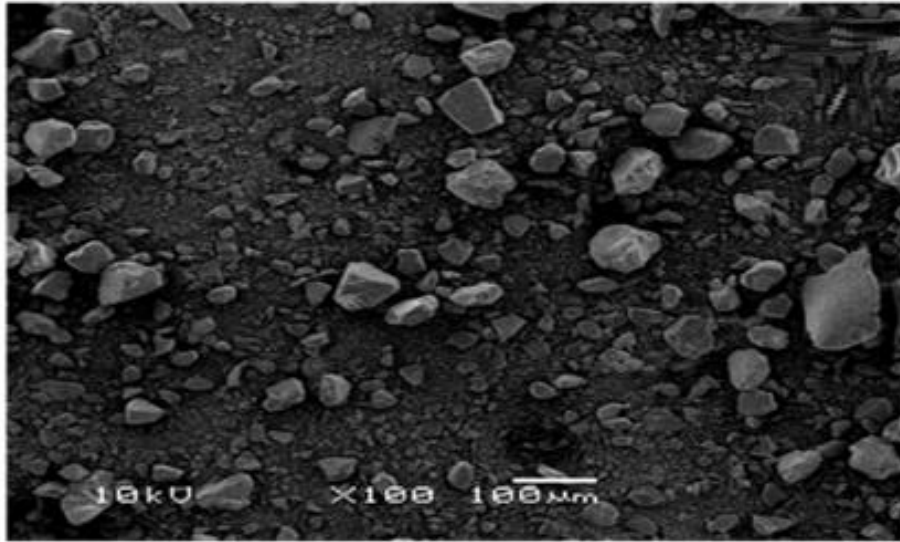


Figura 4

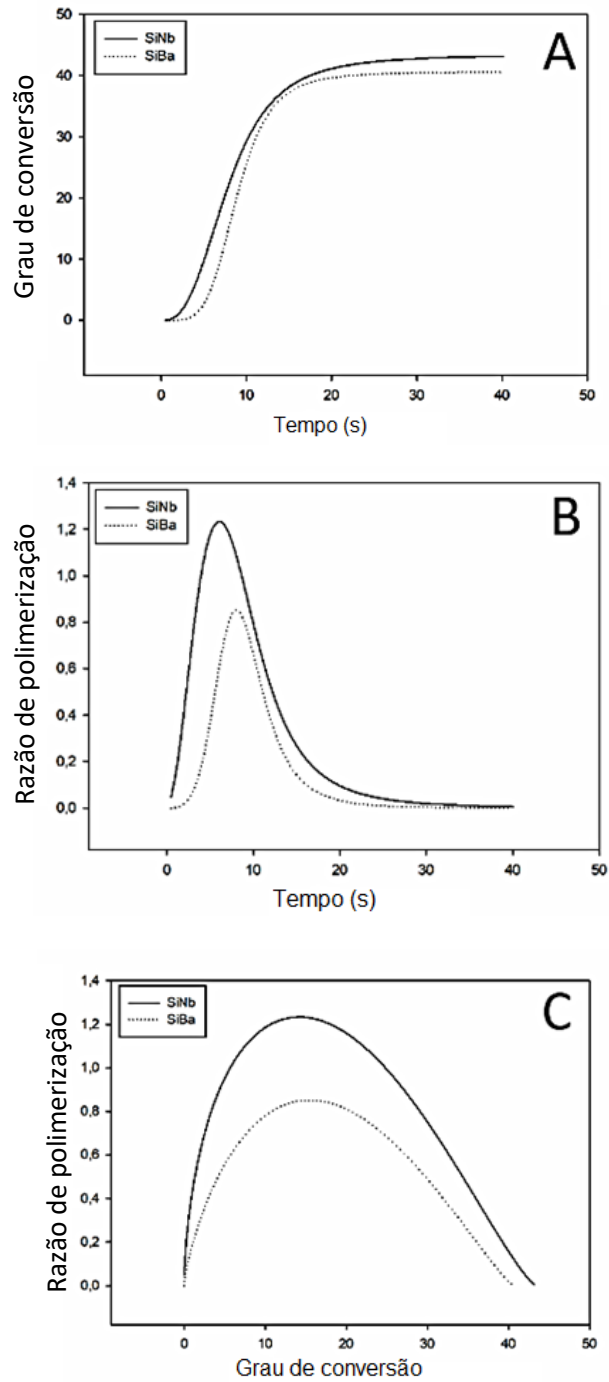


Figura 5

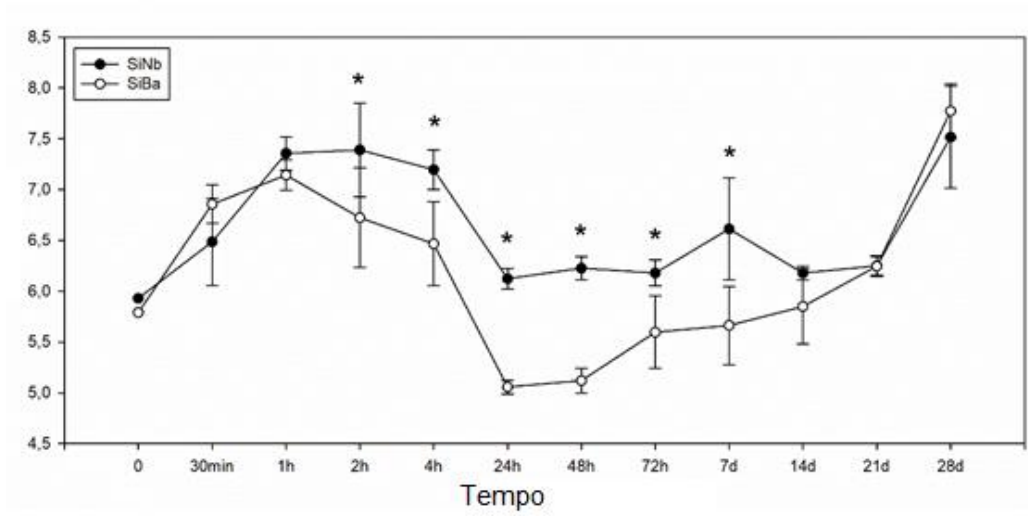


Figura 6

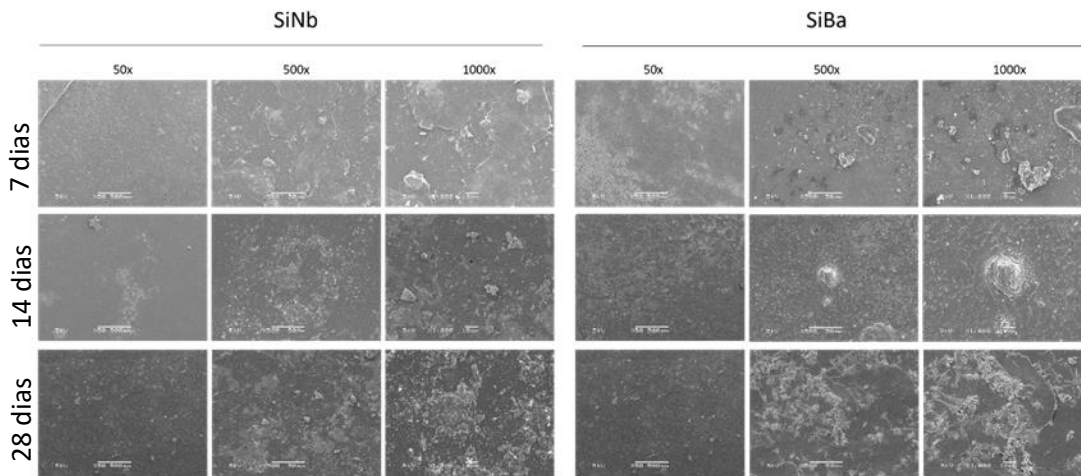


Figura 7

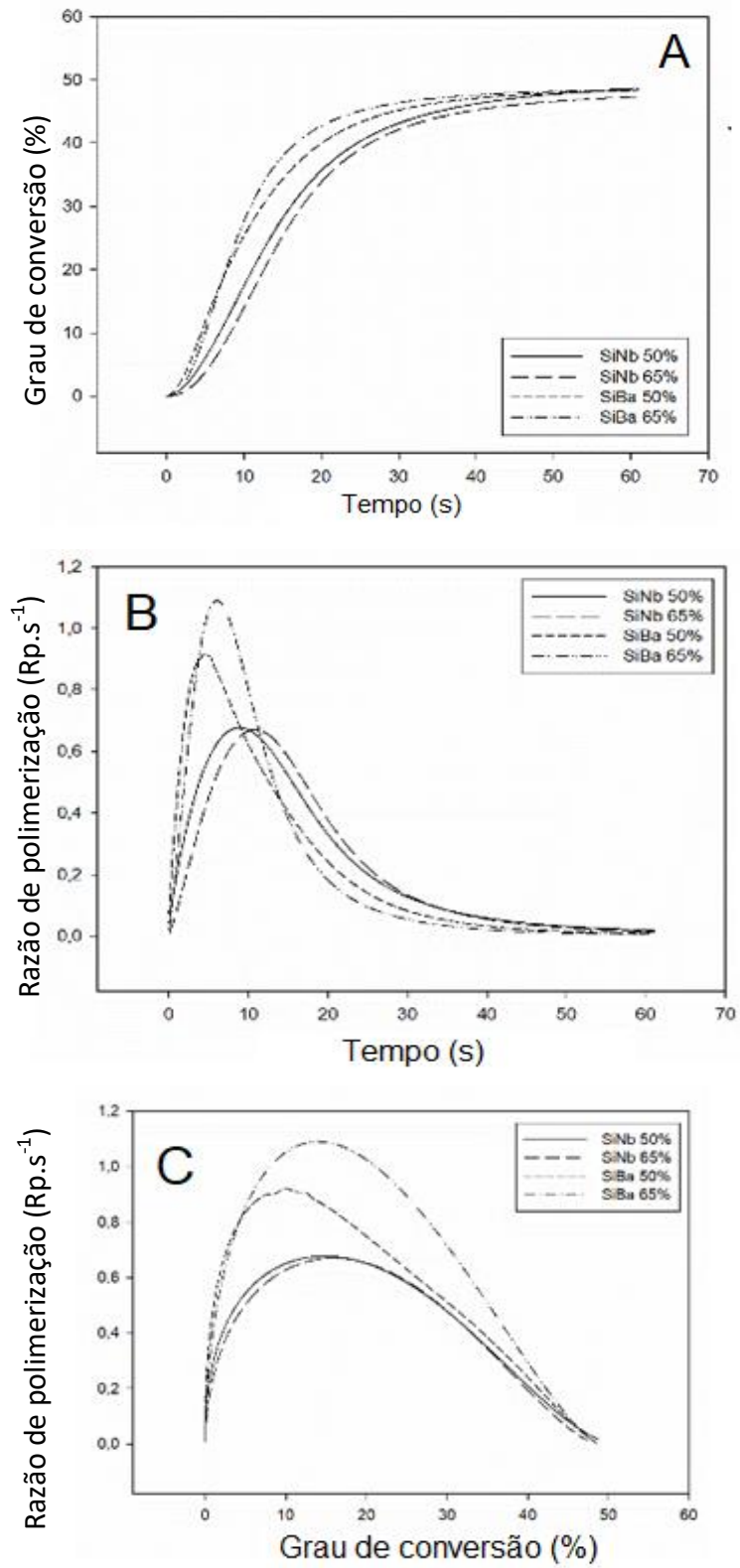
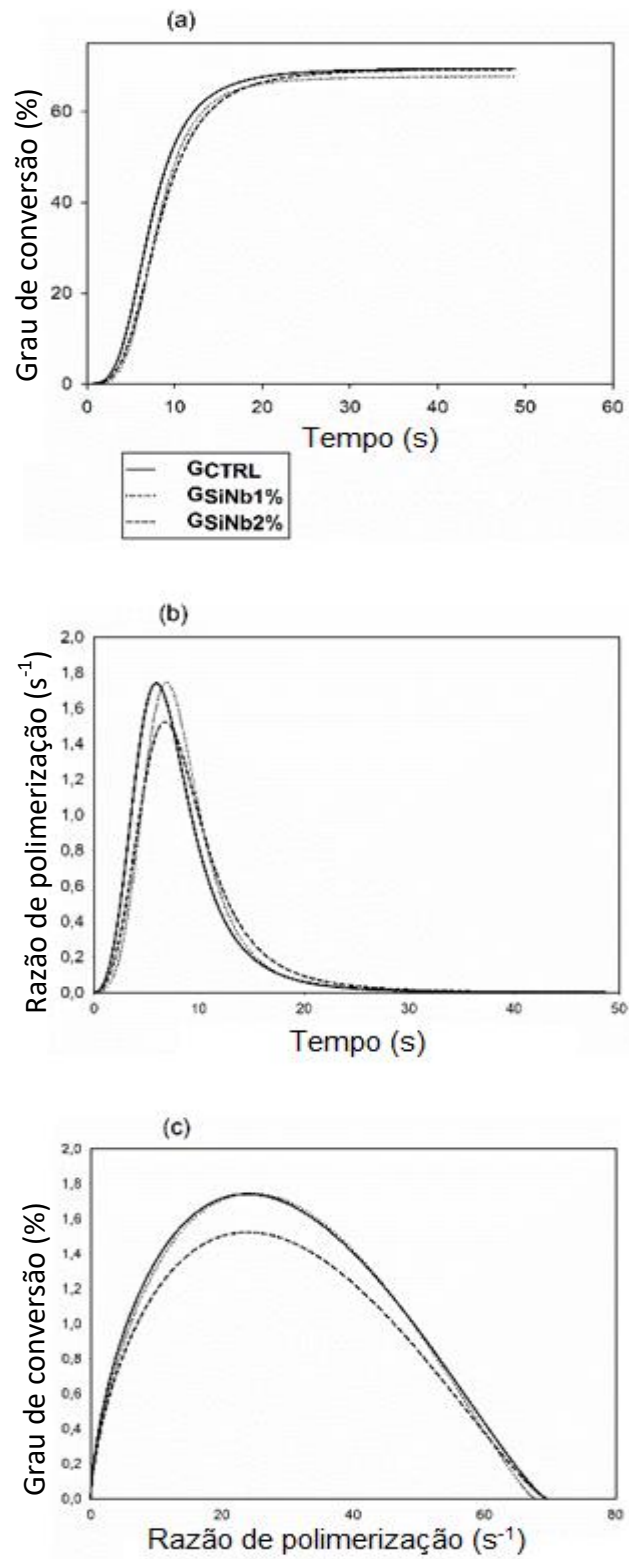


Figura 8



Resumo**PARTÍCULA, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE PARTÍCULA, USO DA
MESMA, RESINA COMPOSTA, CIMENTO ODONTOLÓGICO
FOTOPOLIMERIZÁVEL E ADESIVO DENTINÁRIO**

A presente invenção trata da síntese de partículas de silicato de nióbio pelo método sol-gel e a aplicação destas partículas em materiais compósitos odontológicos. As partículas são produzidas a partir da hidrólise do tetraetilortosilicato em meio ácido para a produção do sol, que é modificado pela adição de pentacloro de nióbio. O sol é mantido em temperatura controlada por 5-15 dias e após esse tempo, passa por processo térmico entre 70 e 600°C. A partir disso, as partículas podem ou não passar por processo de moagem em moinho analítico para a inserção em diferentes materiais com matriz polimérica. Estas partículas podem ser aplicadas em resinas compostas, resinas adesivas, selantes dentinários, infiltrantes resinosos, cimentos endodônticos e cimentos fotoativáveis e duais para cimentação de peças protéticas.