



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

DELLA VIVIANNE VARELA MONTEIRO

**LIBERAÇÃO DE FLÚOR DE DENTIFRÍCIOS VENDIDOS NO
BRASIL SIMULANDO ESCOVAÇÃO DENTÁRIA**

PIRACICABA

2019

DELLA VIVIANNE VARELA MONTEIRO

**LIBERAÇÃO DE FLÚOR DE DENTIFRÍCIOS VENDIDOS NO
BRASIL SIMULANDO ESCOVAÇÃO DENTÁRIA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para obtenção do título de Cirurgião Dentista.

Orientador: Prof. Dr. ANTÔNIO PEDRO RICOMINI FILHO

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DO TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO APRESENTADO PELA ALUNA DELLA VIVIANNE VARELA MONTEIRO E ORIENTADA PELO PROF. DR. ANTÔNIO PEDRO RICOMINI FILHO.

PIRACICABA

2019

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Marilene Girello - CRB 8/6159

M764L Monteiro, Della Vivianne Varela, 1995-
Liberação de flúor de dentifrícios vendidos no Brasil simulando escovação dentária / Della Vivianne Varela Monteiro. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2019.

Orientador: Antônio Pedro Ricomini Filho.
Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Dentifrícios. 2. Fluoretos. 3. Cárie dentária. I. Ricomini Filho, Antônio Pedro, 1983-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações adicionais, complementares

Palavras-chave em inglês:

Dentifrices

Fluorides

Dental caries

Titulação: Cirurgião-Dentista

Data de entrega do trabalho definitivo: 02-05-2019

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha mãe Alcídia Varela Moreira, ao meu irmão Carlos Mauro Varela Monteiro, por todo o apoio oferecido que me possibilitou finalizar com satisfação esta etapa da minha vida profissional.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por ter me abençoado e me dado forças para concluir essa jornada.

À minha mãe que não mediu esforços para que eu chegasse até aqui, e todos os meus familiares, em especial a minha tia Luiza Tavares Moreira que sempre me transmitiu palavras de conforto, esperança e motivação.

Às minhas amigas Eduarda, Flávia, Lyvia, Nayara, Rúbia e Zarina pelas alegrias e tristezas compartilhadas desde o início da graduação.

À Universidade Estadual de Campinas na pessoa do Magnífico Reitor Prof. Dr. Marcelo Knobel.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, na pessoa do seu diretor, Prof. Dr. Francisco Heiter Neto Henriques.

A todos os professores que me acompanharam durante a graduação, em especial ao prof. Dr. Antônio Pedro Ricomini Filho pela orientação e incentivo que tornaram possível a conclusão deste trabalho e à profa. Dra. Livia Tenuta por ter me oferecido a Iniciação Científica na área de Cariologia.

Agradeço também ao meu colega e amigo João Carlos Leme Júnior que me auxiliou durante os experimentos no laboratório.

Aos técnicos do laboratório de Cariologia por todo o apoio e por proporcionarem um ambiente propício para o desenvolvimento deste trabalho.

RESUMO

A utilização de dentifrícios fluoretados é evidenciada como fator importante para o declínio de cárie dental ocorrida não só nos países desenvolvidos, como também nos em desenvolvimento, como é o caso do Brasil. Para ter efeito anticárie um dentifrício deve liberar a maior parte do fluoreto da sua formulação durante o tempo de escovação dental, mas essa propriedade dos dentifrícios comercializados no Brasil é desconhecida. Sendo assim, este trabalho avaliou a liberação de flúor solúvel total de dentifrícios à base de monofluorofosfato (MFP) e carbonato de cálcio (CaCO_3) ou à base de fluoreto de sódio (NaF) e sílica (SiO_2) comercializados no Brasil. Ao todo, foi avaliada a liberação de flúor total solúvel (FST) de 6 dentifrícios (n=3), sendo 3 à base de MFP/ CaCO_3 (Sorriso Dentes Brancos, Colgate Anti-cáries e Close Up Triple) e 3 à base de NaF/ SiO_2 (Colgate Total 12 Clean Mint, Tandy e Close Up Ação Profunda). Apenas Tandy apresentava 1.100 ppm F, os demais 1.450 ppm F de flúor total. Primeiramente foram dosadas as concentrações de flúor total (FT) e flúor solúvel total (FST) quimicamente disponível das diferentes formulações de acordo com o protocolo de Cury et. al (2010). Em seguida, foi realizado o teste de liberação de flúor total (FT-L) e flúor total solúvel (FST-L) da formulação mimetizando o tempo de 1 minuto de escovação. O teste de liberação foi realizado utilizando 4 gramas de cada dentifrício pesado em recipiente plástico, e após adicionar 12 mL de água (proporção 1:3), as suspensões foram imediatamente agitadas (200 rpm) por 1 minuto utilizando um agitador mecânico. Após agitação, as suspensões foram coletadas para análise de FT-L. O remanescente da suspensão foi centrifugado (3000 g, 10 min) e o sobrenadante utilizado para análise de FST-L. As amostras foram diluídas 1:10 e duplicatas de 0,25 mL de cada amostra foram tratadas com 0,25 mL de HCl 2M durante 1 h a 45°C. Após neutralização com 0,5 mL de NaOH 1M e tamponamento com 1 mL de TISAB II, a concentração de flúor foi determinada utilizando eletrodo íon específico. Os dados foram expressos como porcentagem de FT-L em relação ao FT declarado pelo fabricante (% FT-L/ FT declarado), e como porcentagem de FST-L em relação à FST encontrado na formulação (% FST-L/ FST). Os dados foram estatisticamente analisados por análise de variância (ANOVA) um fator seguida do teste de Tukey ($\alpha=5\%$). A %FST-L/FST variou de 24,9 ($\pm 2,4$) a 62,3 ($\pm 8,6$), e a %FT-L/FT-declarado de 27,9 ($\pm 5,8$) a 68,0 ($\pm 7,4$). As formulações à base de MFP/ CaCO_3 apresentaram maiores valores de %FST-L/FST e %FT-L/FT-declarado quando comparados às formulações à base de NaF/ SiO_2 ($p < 0,05$). Os resultados sugerem que os dentifrícios brasileiros à base de MFP/ CaCO_3 são capazes de liberar mais flúor durante a escovação do que os dentifrícios à base de NaF/ SiO_2 .

Palavras-chave: Dentifrícios. Fluoretos. Cárie Dentária.

ABSTRACT

The use of fluoridate toothpastes has been evidenced as an important factor for dental caries decline occurred not only in developed countries, but also in developing countries, as the case of Brazil. To have anticaries effect a toothpaste should release most of the fluoride from its formulation during toothbrushing time, but this property of toothpastes sold in Brazil is unknown. Therefore, this work evaluated the release of soluble total fluoride from monofluorophosphate (MFP) and calcium carbonate (CaCO_3) based or sodium fluoride (NaF) and silica (SiO_2) based toothpastes sold in Brazil. In total, the release of total soluble fluoride (TSF) of 6 toothpastes ($n = 3$) was evaluated, being 3 MFP/ CaCO_3 -based (Sorriso Dentes Brancos, Colgate Anti-cáries and Close Up Triple), and 3 NaF/ SiO_2 -based (Colgate Total 12 Clean Mint, Tandy and Close Up Ação Profunda). Only Tandy presented 1,100 ppm F, the others 1,450 ppm of total fluoride. Firstly, it was analyzed the concentrations of total fluoride (TF) and total soluble fluoride (TSF) of the different formulations according to the protocol of Cury et. al (2010). Then. It was performed the tests of total fluoride (TF-R) and total soluble fluoride (TSF-R) release from formulations, mimicking the time of 1 minute of toothbrushing. The release test was performed using 4 grams of each dentifrice in plastic vessel, and after adding 12 mL water (proportion 1:3), the suspensions were immediately stirred (200 rpm) for 1 minute using a mechanical stirrer. After stirring, the suspensions were collected for TF-R analysis. The remaining suspension was centrifuged (3000 g, 10 min) and the supernatants collected for TSF-R analysis. The samples were diluted 1:10 and duplicates of 0.25 mL of each sample was treated with 0.25 ml of 2M HCl for 1 h at 45°C. After neutralization with 0.5 mL of 1M NaOH, and buffering with 1 mL of TISAB II buffer, the fluoride concentration was determined using a specific ion electrode. Data were expressed as percentage of TF-R in relation to the TF-declared by the manufacturer ($\% \text{TF-R} / \text{TF declared}$), and as percentage of TSF-R in relation to TSF found in the formulation ($\% \text{TSF-R} / \text{TSF}$). The data were statistically analyzed by one way-analysis of variance (ANOVA) followed by the Tukey test ($\alpha=5\%$). The $\% \text{TSF-R/TSF}$ ranged from 24.9 (± 2.4) to 62.3 (± 8.6), and the $\% \text{TF-R/TF declared}$ from 27.9 (± 5.8) to 68.0 (± 7.4). The formulations MFP/ CaCO_3 -based showed higher values of $\% \text{TSF-R/TSF}$ and $\% \text{TF-R/TF declared}$ when compared to NaF/ SiO_2 -based ($p < 0.05$). The findings suggest that Brazilian MFP/ CaCO_3 -based toothpastes are able to release more fluoride during toothbrushing than NaF/ SiO_2 -based.

Key words: Dentifrices, Fluorides, Dental Caries.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

%	porcentagem
F	flúor
FT	fluoreto total
FST	fluoreto solúvel total
MFP	monofluorofosfato de sódio
NaF	fluoreto de sódio
SiO₂	dióxido de sílica
CaCO₃	carbonato de cálcio
CaF₂	fluoreto de cálcio
HCl	ácido clorídrico
NaOH	hidróxido de sódio
TISAB	Total Ionic Strenght Adjustor Buffer (tampão de ajuste de força iônica e pH)
rpm	Rotações por minuto

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 REVISÃO DA LITERATURA	12
3 PROPOSIÇÃO	14
4 MATERIAL E MÉTODOS	15
5 RESULTADOS	18
6 DISCUSSÃO	20
7 CONCLUSÃO	22
REFERÊNCIAS	23
ANEXO 1 –VERIFICAÇÃO DE ORIGINALIDADE E PREVENÇÃO DE PLÁGIO	25

1 INTRODUÇÃO

Os dentifrícios fluoretados são considerados os principais responsáveis pelo declínio de cárie no mundo, não só em países desenvolvidos, como também em países em desenvolvimento (Bratthall et al., 1996; Cury et al., 2004). O flúor adicionado às formulações dos dentifrícios pode ser proveniente de diferentes fontes de sais contendo flúor. No Brasil, duas formulações de dentifrícios contendo abrasivo e fonte de flúor, respectivamente, são amplamente comercializadas: carbonato de cálcio (CaCO_3) com monofluorofosfato de sódio (MFP), e dióxido de silício (SiO_2) com fluoreto de sódio (NaF) (Cury et al., 2004, 2010; Ricomini Filho et al., 2012).

Para ter efeito anticárie, o dentifrício deve prover flúor biodisponível (flúor solúvel), seja como íon fluoreto (NaF) ou como íon monofluorofosfato (MFP), na cavidade bucal para interferir com o processo de cárie (Cury et al., 2008; Queiroz et al., 2008). Nos dentifrícios à base de NaF, o fluoreto é prontamente liberado na cavidade bucal pela rápida dissociação do NaF. No entanto, nos dentifrícios à base de MFP o flúor está ligado covalentemente ao fosfato, sendo necessário a presença de fosfatases para hidrolisar o MFP e liberar o íon fluoreto, o qual proporcionará efeito anticárie (Tenuta e Cury, 2013). Independentemente da fonte de flúor utilizada na formulação, o dentifrício deve conter concentração mínima de 1.000 ppm ($\mu\text{g/g}$) de flúor solúvel para ter o máximo potencial de interferir com o processo de cárie, reduzindo a desmineralização e ativando a remineralização do esmalte e da dentina (Walsh et al., 2010).

A concentração de flúor quimicamente solúvel pode-se reduzir em dentifrícios contendo MFP e CaCO_3 como abrasivo. Apesar de ser estável, parte do MFP presente no dentifrício pode sofrer hidrólise, principalmente devido ao tempo e temperatura de armazenamento (Tabchoury e Cury, 1994; Cury et al., 2010). O fluoreto liberado pode reagir com o cálcio do abrasivo, precipitando como sais insolúveis tipo fluoreto de cálcio (" CaF_2 "), o que pode acarretar redução do efeito anticárie (Cury et al., 2010). Em dentifrícios contendo NaF e SiO_2 , o abrasivo é inerte, sendo assim, não há alteração da concentração de fluoreto.

Os estudos sobre concentração de flúor nos dentifrícios avaliam a concentração total de flúor, o qual deve estar de acordo com o fabricante e com a

legislação vigente do país, e também a concentração de flúor solúvel, o qual terá eficácia anticárie (Cury et al., 2010; Ricomini Filho et al., 2012; Tenuta e Cury, 2013). Além destas concentrações, a American Dental Association (ADA) preconiza outro teste para avaliar a biodisponibilidade do fluoreto de dentífricos durante a escovação, chamado de “taxa de liberação de flúor em um minuto” (“One minute fluoride release rate”). Este teste simularia a quantidade de flúor solúvel liberado da formulação do dentífrico durante escovação, e de acordo com a ADA deve corresponder a no mínimo 80% da quantidade de fluoreto descrita na embalagem.

Neste teste, uma mistura de 1:3 de dentífrico e água ou saliva (artificial ou natural) é rapidamente homogeneizada por 1 minuto, e a concentração de flúor solúvel é quantificada no sobrenadante. O objetivo é avaliar o quanto de flúor solúvel é liberado da formulação do dentífrico durante a escovação dentária. No entanto, a metodologia descrita pela ADA não fornece de maneira clara os materiais e parâmetros de agitação durante o tempo de 1 minuto, o que dificulta a obtenção de resultados que realmente simulem a condição de escovação, além de impossibilitar a comparação de resultados obtidos em diferentes estudos.

Em acréscimo, diferentes formulações de dentífricos apresentam diferentes composições, originando matrizes de dentífrico que podem auxiliar ou dificultar a liberação de fluoreto da formulação durante a escovação dentária. Sendo assim, a utilização de metodologia padronizada é imprescindível para conhecer como ocorre a liberação de fluoreto das diferentes formulações por meio de agitação mecânica simulando o tempo de escovação dental. Tendo em vista esta limitação, ainda é desconhecida a liberação de flúor solúvel total de dentífricos à base de monofluorofosfato (MFP) e carbonato de cálcio (CaCO_3) e à base de fluoreto de sódio (NaF) e sílica (SiO_2) comercializados no Brasil.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Cury et al. (2004) realizaram uma revisão de literatura sobre a importância do dentífrico na prevalência de cárie nos dias de hoje no Brasil. Desde 1970 foi observado que houve um declínio da cárie em outros países, o Brasil também nas últimas décadas teve um desenvolvimento parecido. Essa diminuição da prevalência de cárie se deve a implementação de programas como água fluoretada no abastecimento público, mudança da dieta, produtos de higiene e programas preventivos. Num estudo nacional realizado com dados coletados desde de 1968 até 2003, puderam observar bem esse declínio, visto que em 1968 a prevalência de cárie era muito alta, com índice de CPOD de 8.3 aos 12 anos, já em 2003 teve uma queda dessa prevalência para 2.8. A partir de alguns estudos foi possível observar que a condição socioeconômica da população brasileira permite que tenham diferentes experiências de cárie, para isso fizeram estudo separando crianças de escolas privadas de escolas públicas, como resultado 43% das crianças de escola privada nunca tiveram experiência de cárie comparando aos 31% das crianças de escola pública. É importante ressaltar que o declínio da cárie também atingiu essa parcela da população. O dentífrico fluoretado entra como um fator comum responsável também por esse declínio, desde a sua introdução no mercado em 1989. Também comentaram sobre a formulação do dentífrico, principalmente dos que tem carbonato de cálcio como abrasivo e monofluorofosfato de sódio como fonte de flúor, que tem estudos que comprovam que o carbonato de cálcio aumenta o efeito do fluoreto nos dentífricos e conseqüente aumento do potencial de intervir no processo de desenvolvimento da cárie.

Walsh et al. (2010) fizeram uma metanálise com objetivo de avaliar a eficácia de dentífricos fluoretados de diferentes concentrações para prevenção de cárie em crianças e adolescentes. Foram avaliados 66 estudos envolvendo tanto a dentição mista como permanente. A partir desse estudo puderam observar que o aumento da do efeito preventivo se deve ao aumento na concentração de fluoreto, quando comparado com o placebo foi de 23% no caso de dentífricos com concentração de 1000/1055/1100/1250 ppm , depois um aumento de 36% nos que continham 2400/2500/2800 ppm F, porém nos que continham 400/500/550 ou abaixo não mostraram um efeito estatístico significativo. A partir desses resultados fica evidente que o uso de dentífricos com fluoreto na sua composição na prevenção de

cárie em crianças e adolescente quando comparado com o uso de dentifrícios sem fluoreto, entretanto isso só se aplica em dentifrícios que possuem no mínimo 1000 ppm F.

Ricomini Filho et al. (2012) avaliaram cinco dentifrícios mais vendidos no Brasil, adquiridos em cinco regiões diferentes do país. Dos cinco dentifrícios, quatro são à base de MFP/CaCO₃ e um à base de NaF/SiO₂ e todos apresentavam 1450 ppm F declarado, esta concentração está conforme a legislação brasileira e do Mercosul, que definem como concentração máxima de F de 1500 ppm. Vale ressaltar que o consumo de dentifrícios à base de CaCO₃/MFP pela população brasileira corresponde a 90 %. A SiO₂ como abrasivo assegura que todo F presente no dentifrício se encontra na forma solúvel e isso foi comprovado a partir testes realizados que realmente 1450 ppm de fluoreto é solúvel, por outro lado os dentifrícios contendo CaCO₃ como abrasivo, parte do F se encontra na forma inativa.

Cury et al. (2015) avaliaram a concentração de fluoreto nos dentifrícios a base de MFP/CaCO₃ mais comercializados no Brasil ao final dos seus prazos de validade. O MFP presente na formulação desses dentifrícios com o passar do tempo sofre um processo de hidrólise liberando o flúor na forma iônica, que por sua vez acaba sendo inativado pelo cálcio presente no abrasivo, ou seja, haverá um aumento de flúor na forma insolúvel e diminuição do flúor na forma solúvel; o que reforça o papel do Cirurgião-Dentista na orientação dos pacientes quanto a conscientização do uso dos dentifrícios dentro do prazo de validade.

3 PROPOSIÇÃO

Para ter efeito anticárie um dentifrício deve liberar a maior parte do fluoreto da sua formulação durante o tempo de escovação dental, mas essa propriedade dos dentifrícios comercializados no Brasil é desconhecida. Sendo assim, este trabalho avaliou a liberação de flúor solúvel total de dentifrícios à base de monofluorofosfato (MFP) e carbonato de cálcio (CaCO_3) ou à base de fluoreto de sódio (NaF) e sílica (SiO_2) comercializados no Brasil.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Delineamento Experimental

Para realização do estudo foram utilizadas amostras de dentifrícios à base de monofluorofosfato (MFP) e carbonato de cálcio (CaCO_3) ou à base de fluoreto de sódio (NaF) e sílica (SiO_2) comercializados no Brasil. Ao todo, 6 dentifrícios ($n=3$) foram analisados, sendo 3 à base de MFP/ CaCO_3 (Sorriso Dentes Brancos, Colgate Anti-cáries e Close Up Triple) e 3 à base de NaF/ SiO_2 (Colgate Total 12 Clean Mint, Tandy e Close Up Ação Profunda) (Tabela 1). Apenas Tandy apresentava 1.100 ppm F, os demais 1.450 ppm de flúor total. Primeiramente foram dosadas as concentrações de flúor total (FT) e flúor solúvel total (FST) quimicamente disponível das diferentes formulações. Em seguida, foi realizado o teste de liberação de flúor total (FT-L) e flúor total solúvel (FST-L) da formulação mimetizando o tempo de 1 minuto de escovação dentária. Para isso, foi utilizado um agitador mecânica com o objetivo de criar um distúrbio mecânico da formulação do dentifrício, sendo possível também, padronizar a agitação realizada para todos os dentifrícios avaliados. Os dados foram expressos como porcentagem de FT-L em relação ao FT declarado pelo fabricante ($\% \text{ FT-L} / \text{ FT declarado}$), e como porcentagem de FST-L em relação à FST encontrado na formulação ($\% \text{ FST-L} / \text{ FST}$). Os dados foram estatisticamente analisados por análise de variância (ANOVA) um fator seguida do teste de Tukey ($\alpha=5\%$).

Tabela 1 - Informações referentes a composição e prazo de validade dos dentifrícios utilizados.

Marca comercial	Fonte de fluoreto	Tipo de abrasivo	FT declarado (ppm F)	Data de vencimento
Sorriso Dentes Brancos	MFP	CaCO_3	1.450	05-07/2019
Colgate Anti-cáries	MFP	CaCO_3	1.450	01-05-07/2019
Close up Triple	MFP	CaCO_3	1.450	04-06-10/2019
Tandy Tutti Frutti	NaF	SiO_2	1.100	04/2019
Colgate Total 12 Clean Mint	NaF	SiO_2	1.450	03-06-11/2019
Close up Ação Profunda	NaF	SiO_2	1.450	06-09/2019

FT declarado: concentração de flúor total declarada pelo fabricante do dentifrício. MFP: monofluorofosfato. CaCO_3 : carbonato de cálcio. NaF: fluoreto de sódio. SiO_2 : sílica.

Determinação da concentração de flúor total (FT) e flúor solúvel total (FST) presente nas formulações dos dentifrícios

Para determinar a concentração de flúor total (FT) e flúor solúvel total (FST) presente nas formulações dos dentifrícios foi utilizada metodologia descrita por Cury et al. (2010). Para isso, quantidade entre 90 e 100 mg (-/+ 0.01 mg) de amostra de cada dentifrício foi pesada em duplicata e vigorosamente homogeneizada em 10 mL de água purificada. Duplicatas de 0.25 mL da suspensão foram transferidas para tubos de ensaio para determinação de flúor total (FT). O restante da suspensão foi centrifugado a 3.000 g, por 10 minutos à temperatura ambiente, para precipitar o fluoreto insolúvel ligado ao abrasivo. Duplicatas de 0,25 mL do sobrenadante foram transferidas para tubos de ensaio para a determinação da concentração de flúor solúvel total (FST). Aos tubos FT e FST foram adicionados 0,25 mL de HCl 2,0 M e eles foram incubados à 45°C durante 1 h. Nos tubos FT, o ácido promove a dissolução do flúor insolúvel ligado ao abrasivo e hidrólise do MFP, enquanto nos tubos FST apenas ocorre a hidrólise de MFP. O conteúdo de todos os tubos foi neutralizado com 0,5 mL de NaOH 1,0 M e tamponado com 1,0 mL de TISAB II. As dosagens foram realizadas utilizando um eletrodo íon seletivo (Orion model 96-09, Orion Research, Cambridge, MA, USA) acoplado a um analisador de íons (Orion EA-740), previamente calibrado com padrões contendo 0,625 a 8,0 ppm F, preparados com os mesmos reagentes utilizados nas amostras.

Teste para avaliar flúor total liberado (FT-L) e flúor solúvel total liberado (FST-L) das formulações por 1 minuto

O teste de liberação foi realizado utilizando 4 gramas de cada dentifrício pesado em recipiente plástico, e após adicionar 12 mL de água (proporção 1:3), as suspensões foram imediatamente agitadas (200 rpm) por 1 minuto utilizando um agitador mecânico (Figura 1). Após agitação, as suspensões foram coletadas para análise de FT-L. O remanescente da suspensão foi centrifugado (3000 g, 10 min) e o sobrenadante utilizado para análise de FST-L. As amostras foram diluídas 1:10 e duplicatas de 0,25 mL de cada amostra foram tratadas com 0,25 mL de HCl 2M durante 1 h a 45°C. Após neutralização com 0,5 mL de NaOH 1M e tamponamento com 1 mL de TISAB II, a concentração de flúor foi determinada utilizando eletrodo íon

específico. Os dados foram expressos como porcentagem de FT-L em relação ao FT declarado pelo fabricante (% FT-L/ FT declarado), e como porcentagem de FST-L em relação à FST encontrado na formulação (% FST-L/ FST).

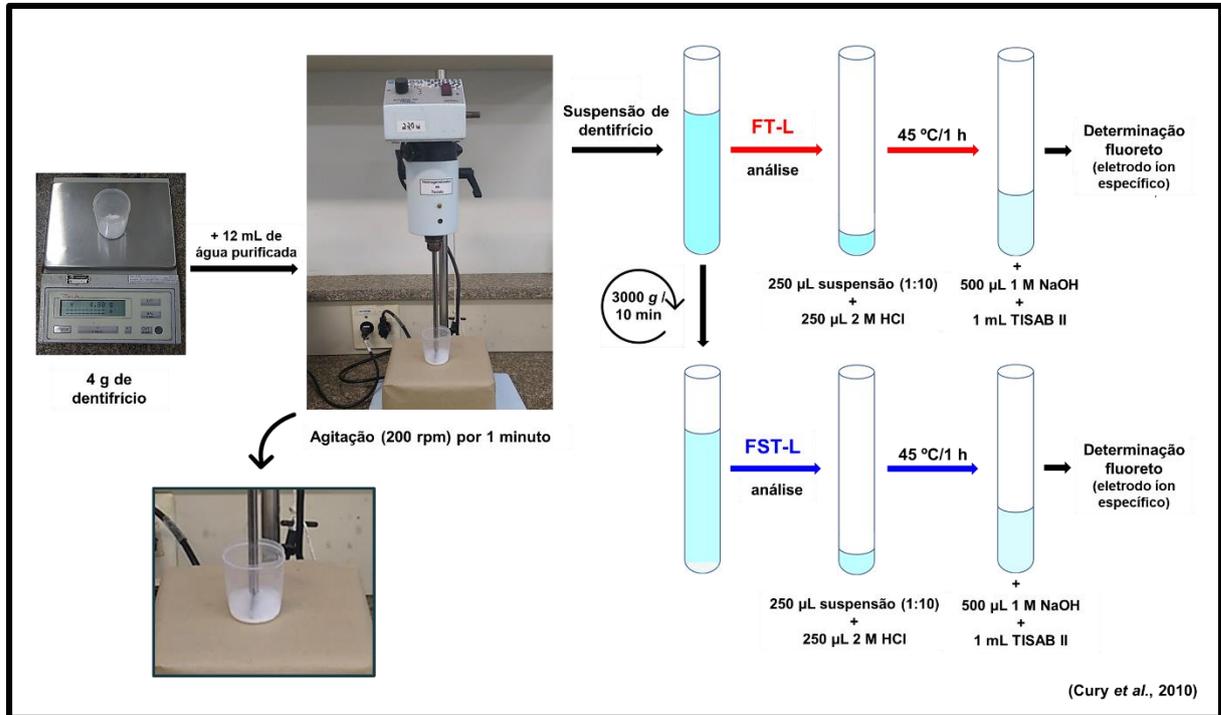


Figura 1 - Esquema ilustrativo da sequência de etapas realizadas no teste de liberação simulando a escovação dentária por 1 minuto. FT-L: flúor total liberado. FST-L: flúor solúvel total liberado.

Análise estatística

A análise estatística foi realizada utilizando o software SAS (SAS Institute Inc., versão 8.01) empregando um nível de significância fixado em 5%. Suposições de homogeneidade de variâncias e distribuição normal de erros foram verificadas para todas as variáveis de resposta testadas usando o teste de Kolmogorov-Smirnov. Os dados foram analisados por ANOVA um critério, considerando-se o fator dentifício, seguido do Teste de Tukey para todas as duas variáveis resposta: porcentagem de FT-L em relação ao FT declarado pelo fabricante (% FT-L/ FT declarado), e porcentagem de FST-L em relação à FST encontrado na formulação (% FST-L/ FST).

5 RESULTADOS

Dentifrícios de diferentes formulações foram avaliados neste estudo, sendo que, de acordo com os fabricantes, 5 deles continham 1.450 ppm F em sua formulação (Sorriso Dentes Brancos, Colgate Anti-cáries, Colgate Total 12 Clean Mint, Close Up Ação Profunda e Close Up Triple) e somente um deles (Tandy) 1.100 ppm F na formulação. Os resultados de FT (Tabela 2) mostram que os valores encontrados nas formulações são próximos à concentração de FT declarada pelos fabricantes. Os dentifrícios a base de NaF/SiO₂ (Colgate Total 12 Clean Mint, Tandy e Close Up Ação Profunda) apresentaram valores de FST próximos aos valores de FT, enquanto os dentifrícios à base de MFP/CaCO₃ (Sorriso Dentes Brancos, Colgate Anti-cáries e Close Up Triple) apresentaram valores de FST inferiores aos valores de FT (Tabela 2).

Tabela 2 - Concentração (ppm F) de flúor total (FT) e flúor solúvel total (FST) nos dentifrícios avaliados (média \pm DP; n=3).

Dentifrício	FT	FST
Sorriso Dentes Brancos	1452,8 \pm 11,8	1406,4 \pm 16,9
Colgate Anti-cáries	1461,1 \pm 81,5	1306,0 \pm 17,4
Colgate Total 12 Clean Mint	1423,2 \pm 62,9	1430,3 \pm 21,9
Tandy Tutti Frutti	1057,2 \pm 31,6	1101,9 \pm 15,4
Close up Ação Profunda	1476,4 \pm 62,9	1264,6 \pm 21,9
Close up Triple	1429,0 \pm 20,0	1396,2 \pm 21,8

A %FT-L/FT-declarado variou de 27,9 (\pm 5,8) a 68,0 (\pm 7,4) (Figura 2), enquanto a %FST-L/FST variou de 24,9 (\pm 2,4) a 62,3 (\pm 8,6) (Figura 3). As formulações à base de MFP/CaCO₃ apresentaram maiores valores de %FT-L/FT-declarado e %FST-L/FST quando comparados às formulações à base de NaF/SiO₂ ($p < 0,05$) (Figuras 2 e 3).

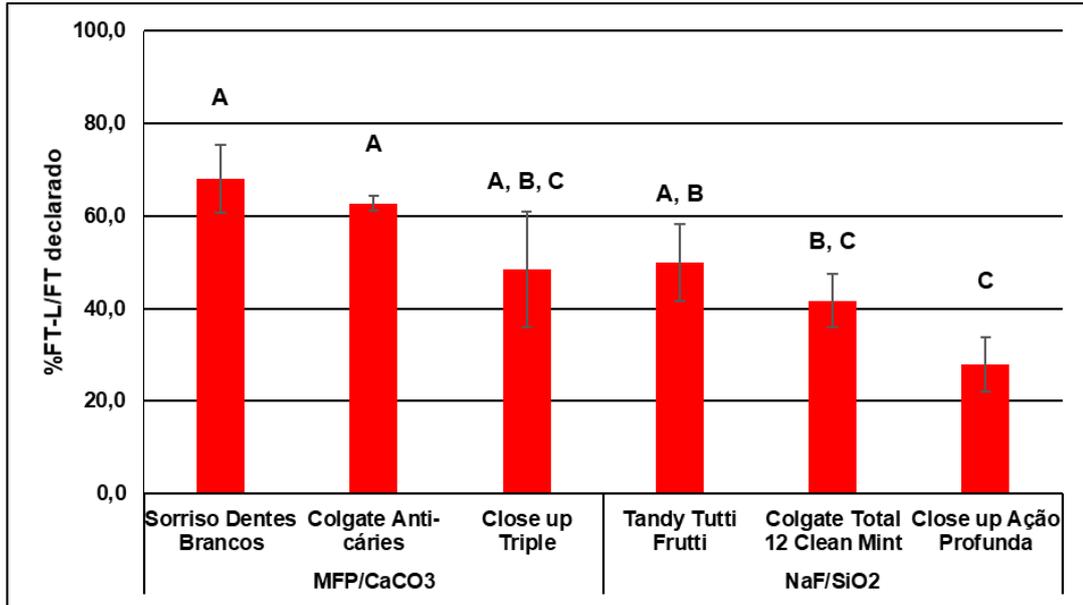


Figura 2 - Porcentagem dos valores de flúor total liberado (FT-L) da formulação após 1 minuto de agitação em relação aos valores de flúor total (FT) declarado pelo fabricante (% FT-L/ FT declarado). MFP/CaCO₃: dentífricos à base de monofluorfosfato (MFP) e carbonato de cálcio (CaCO₃). NaF/SiO₂: dentífricos à base de fluoreto de sódio (NaF) e sílica (SiO₂).

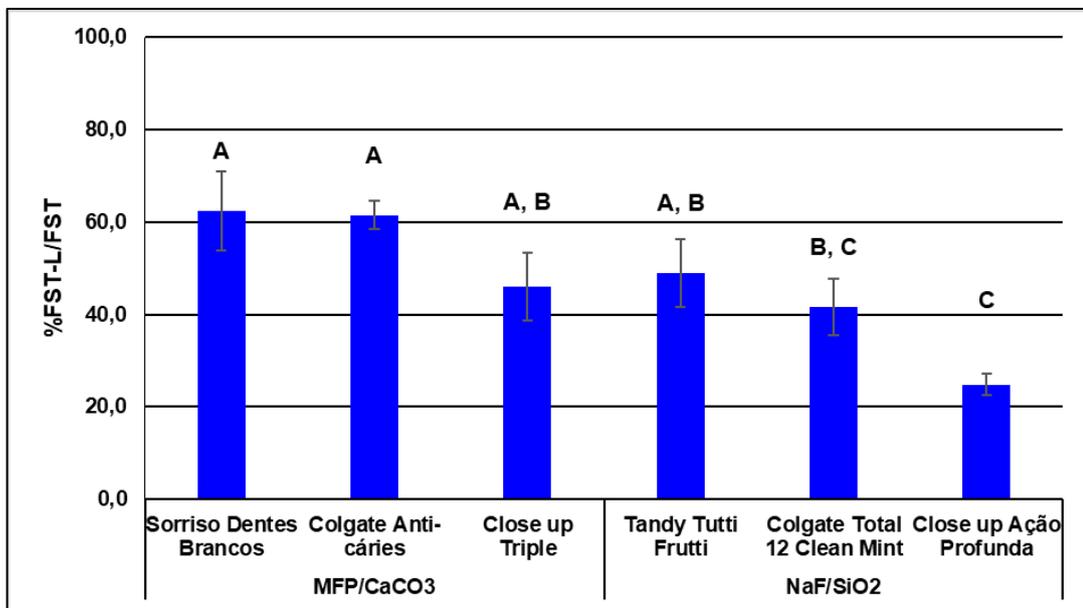


Figura 3 - Porcentagem dos valores de flúor solúvel total liberado (FST-L) da formulação após 1 minuto de agitação em relação aos valores de flúor solúvel total (FST) encontrado na formulação do dentífrico. MFP/CaCO₃: dentífricos à base de monofluorfosfato (MFP) e carbonato de cálcio (CaCO₃). NaF/SiO₂: dentífricos à base de fluoreto de sódio (NaF) e sílica (SiO₂).

6 DISCUSSÃO

Neste estudo, a liberação de flúor solúvel total de dentifrícios comercializados no Brasil foi avaliada simulando a escovação dentária por 1 minuto. Com base nos resultados, foi possível observar que as formulações à base de monofluorofosfato (MFP) e carbonato de cálcio (CaCO_3) proporcionaram maior liberação de flúor solúvel total (FST-L) quando comparada às formulações à base de fluoreto de sódio (NaF) e sílica (SiO_2). A %FST-L/FST foi superior para os dentifrícios à base de MFP/ CaCO_3 , variando de 46 a 62,3, enquanto os dentifrícios à base de NaF/ SiO_2 apresentaram valores inferiores, de 24,9 a 49,1 (Tabela 3). No entanto, a explicação para maior liberação de fluoreto não é embasada na concentração de FST nos dentifrícios.

Os dentifrícios à base de MFP/ CaCO_3 tenderiam a liberar menos flúor solúvel, pois apresentam menor concentração de FST quando comparados a dentifrícios à base de NaF/ SiO_2 contendo a mesma concentração de FT (Tabela 2), a exemplos das formulações contendo 1.450 ppm F utilizadas no estudo. A menor concentração de FST nos dentifrícios à base de MFP/ CaCO_3 , é devido ao fato de que com o tempo o íon flúor presente na molécula de MFP reage com o cálcio presente no abrasivo (CaCO_3) dando origem a um sal tipo fluoreto de cálcio (CaF_2), o qual não é solúvel no ambiente bucal, não tendo efeito anticárie (Cury et al., 2010; Ricomini-Filho et al., 2012). Nos dentifrícios à base de NaF/ SiO_2 todo o fluoreto já está disponível na forma iônica, sendo os valores de FST semelhantes aos valores de FT (Tabela 2). Dessa maneira, a diferença observada na liberação de FST para os dentifrícios à base MFP/ CaCO_3 e NaF/ SiO_2 pode ser explicada pela diferença nas formulações dos dentifrícios.

Componentes presentes nos dentifrícios dão maior ou menor viscosidade à matriz da formulação facilitando, ou não sua desorganização. Dentre os componentes dos dentifrícios, dois se destacam na estruturação da matriz, principalmente os ligantes, e em menor proporção os abrasivos (Lippert, 2013). Os ligantes produzem uma fase de gel contendo uma distribuição homogênea de todos os ingredientes do dentifrício, evitando que os componentes se separem ao longo do tempo, e fornecendo viscosidade à formulação. Dentre os ligantes mais comumente utilizados pode-se citar carboximetilcelulose, hidroxietilcelulose, carragenina, goma

xantana, goma de celulose e poliacrilatos reticulados que são usados em concentrações que variam entre 0,5 e 2,0% (p/p) (Lippert, 2013).

Nos dentifrícios avaliados, 5 deles (Sorriso Dentes Brancos, Colgate Anti-cáries, Close Up Ação Profunda, Close Up Triple e Tandy) apresentavam goma de celulose como ligante, e somente 1 deles carragenina (Colgate Total 12 Clean Mint), sendo assim, acredita-se que as diferenças observadas são devido às diferentes concentrações do ligantes, associado aos diferentes abrasivos utilizados (CaCO_3 e SiO_2), os quais também podem estar presentes em diferentes concentrações. Sendo assim, a característica de viscosidade e homogeneidade da matriz do dentifrício interfere na liberação de fluoreto de diferentes formulações. Tendo em vista que foram utilizados dentifrícios disponíveis no mercado que apresentam diferentes formulações, não é possível inferir concentrações de ligantes e abrasivos ideais para liberação de fluoreto.

Neste estudo, a liberação foi realiza mimetizando a liberação de flúor solúvel da formulação de dentifrício por meio de um teste mecânico, o qual foi padronizado com o objetivo de simular a liberação que ocorreria na cavidade bucal durante a escovação dentária por 1 minuto. Tendo em vista que o teste preconizado é limitado com informações sobre materiais e procedimentos de agitação, nosso objetivo foi desenvolver uma metodologia passível de reprodutibilidade e que possibilite comparações. Apesar da metodologia ter se mostrado eficaz para diferenciar liberação de fluoreto de diferentes formulações, com características de viscosidade distintas, não é possível inferir que o teste represente a liberação que ocorre na cavidade bucal. Dessa maneira, é necessário realizar estudo que mostre a liberação de flúor solúvel que ocorre na cavidade bucal durante a escovação e comparar com a metodologia empregada neste estudo. Sendo assim, também será possível verificar se diferenças que ocorrem *in vitro* são representativas quando avaliadas *in vivo*.

7 CONCLUSÃO

Os resultados do presente trabalho sugerem que os dentifrícios brasileiros à base de MPF/CaCO₃ podem liberar mais fluoreto das formulações durante a escovação quando comparados aos dentifrícios a base de NaF/SiO₂.

REFERÊNCIAS*

American Dental Association. Council of Scientific Affairs. Acceptance Program Guidelines Fluoride Containing Dentifrices. Chicago: ADA; 2005. 26 p.

Bratthall D, Hansel-Petersson G, Sundberg H. Reasons for the caries decline: what do the experts believe? *Eur J Oral Sci.* 1996 Aug;104(4 (Pt 2)):416-22; discussion 423-5, 430-2.

Cury JA, Tenuta LM, Ribeiro CC, Paes Leme AF. The importance of fluoride dentifrices to the current dental caries prevalence in Brazil. *Braz Dent J.* 2004;15(3):167-74..

Cury JA, Tenuta LMA. How to maintain a cariostatic fluoride concentration in the oral environment. *Adv Dent Res.* 2008 Jul 1;20(1):13-6.

Cury JA, Oliveira MJ, Martins CC, Tenuta LM, Paiva SM. Available fluoride in toothpastes used by Brazilian children. *Braz Dent J.* 2010;21(5):396-400.

Cury JA, Dantas EDV, Tenuta LMA, Romão DA, Tabchoury CPM, Nóbrega DF et al. Concentração de fluoreto nos dentifrícios a base de MFP/CaCO₃ mais vendidos no Brasil, ao final dos seus prazos de validade. *Rev. Assoc. Paul. Cir. Dent., São Paulo, 69 93):* 248-251, Jul.-Set. 2015

Lippert F. An introduction to toothpaste - its purpose, history and ingredients. *Monogr Oral Sci.* 2013;23:1-14. doi: 10.1159/000350456.

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):21-7.

Ricomini Filho AP, Tenuta LM, Fernandes FS, Calvo AF, Kusano SC, Cury JA. Fluoride concentration in the top-selling Brazilian toothpastes purchased at different regions. *Braz Dent J.* 2012;23(1):45-8.

Tabchoury CPM, Cury JA. Accelerated aging of dentifrices to predict fluoride stability under normal conditions. *Rev Bras Farm.* 1994;75:67-71.

* De acordo com as normas da UNICAMP/FOP, baseadas na padronização do International Committee of Medical Journal Editors - Vancouver Group. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o PubMed.

Tenuta LM, Cury JA. Laboratory and human studies to estimate anticaries efficacy of fluoride toothpastes. *Monogr Oral Sci.* 2013;23:108-24. doi: 10.1159/000350479.

Walsh T, Worthington HV, Glenny AM, Appelbe P, Marinho VC, Shi X. Fluoride toothpastes of different concentrations for preventing dental caries in children and adolescents. *Cochrane Database Syst Rev.* 2010 Jan 20;(1):CD007868. doi: 10.1002/14651858.CD007868.pub2.

ANEXO 1 –VERIFICAÇÃO DE ORIGINALIDADE E PREVENÇÃO DE PLÁGIO

TCC Della Vivianne Varela Monteiro

RELATÓRIO DE ORIGINALIDADE

18%

ÍNDICE DE SEMELHANÇA

11%

FONTES DA INTERNET

11%

PUBLICAÇÕES

3%

DOCUMENTOS DOS ALUNOS

FONTES PRIMÁRIAS

1	"64th ORCA Congress. July 5-8, 2017, Oslo, Norway: Abstracts", Caries Research, 2017 Publicação	6%
2	www.bibliotecadigital.ufmg.br Fonte da Internet	3%
3	Submitted to Universidade Estadual de Campinas Documento do Aluno	1%
4	www.scielo.br Fonte da Internet	1%
5	sbpqo.org.br Fonte da Internet	1%
6	pesquisa.bvsalud.org Fonte da Internet	1%
7	repositorio.bc.ufg.br Fonte da Internet	1%
8	Ynara Bosco de Oliveira Lima-Arsati, Anna Rúbia Lobo Ferreira Gomes, Hemilly Karol	1%