

CNEN/SP

ipen Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares

AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO

ESTUDO DO MÉTODO RADIOMÉTRICO PARA AVALIAÇÃO DA ABRASIVIDADE DE DENTIFRÍCIOS

CARLA COSTA CARDOSO ZOPPE

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do
Grau de Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear.**

**Orientadora:
Dra. Mitiko Saiki**

São Paulo

1997

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**ESTUDO DO MÉTODO RADIOMÉTRICO PARA AVALIAÇÃO DA
ABRASIVIDADE DE DENTIFRÍCIOS**



CARLA COSTA CARDOSO ZOPPE

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do grau
de Mestre em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear.**

**Orientador:
Dra. Mitiko Saiki**

**SÃO PAULO
1997**

“ Só aprendemos nos divertindo.
A arte de ensinar não é outra
Senão a arte de despertar a
Curiosidade das almas jovens
Para depois satisfazê-la;
E a curiosidade é viva
Apenas nas almas felizes.
O conhecimento que se fez
Entrar na mente pela força
Sufoca-a. Para digerir o saber
É necessário que ele seja
Devorado com apetite.”

Anatole France

Aos amigos da Radioquímica

AGRADECIMENTOS

À Dra. Mitiko Saiki, pela orientação dada a este trabalho.

Ao Dr. John J Hefferren, da Universidade de Kansas, pelo apoio, pela confiança e pelo estágio realizado no Instituto de Saúde Oral da Universidade de Indiana, EUA.

À FAPESP pelo auxílio financeiro e ao CNPq pela concessão da bolsa de mestrado.

À Dra. Marina Beatriz Agostini Vasconcellos, chefe da Supervisão de Radioquímica, pelo apoio para realização do meu estágio na Universidade de Indiana.

Ao Prof. Dr. Heitor Panzeri, da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto-USP, pelas amostras de dentes fornecidas e pelas medidas de dureza apresentadas neste trabalho.

Ao Prof. Dr. Pedro Kiyohara, do Instituto de Física da USP, pelas análises realizadas pela microscopia eletrônica de varredura.

À Daniela, do Departamento de Metalurgia do IPEN, pelas análises da distribuição do tamanho das partículas de abrasivos.

À Oficina Mecânica do IPEN, pela máquina de escovação utilizada nos experimentos deste trabalho.

Ao Tufic pela amizade e pela ajuda nos momentos finais desse trabalho.

Aos amigos Amilton, Rubens, Cláudia, Carla, Daniela, Sheila, Marília, Luciana, Marcos, Gérson, pela amizade e apoio.

Aos integrantes da Supervisão de Radioquímica, Déborah, Ana, Vera, Tata, Rose, Casimiro, Ieda pelo estímulo e amizade.

Aos amigos Mário e Renato, da Supervisão de Física do IPEN, pela amizade e paciência durante a elaboração das figuras apresentadas neste trabalho.

Em especial: ao Roberto, pela amizade, carinho e estímulo sempre presentes.

ESTUDO DO MÉTODO RADIOMÉTRICO PARA AVALIAÇÃO DA ABRASIVIDADE DE DENTIFRÍCIOS

Carla Costa Cardoso Zoppe

RESUMO

As determinações da abrasividade de dentifrícios são de grande interesse para as indústrias no controle de qualidade de seus produtos e de suas matérias primas, assim como para os clínicos dentistas, para a prescrição de produtos apropriados aos seus clientes, e para a população em geral, para precaver-se do uso de produtos muito abrasivos, que provoquem desgaste excessivo dos dentes ou de materiais restauradores; ou para precaver-se do uso de produtos inadequados para exercer a sua função de limpeza. Conseqüentemente, torna-se de grande importância desenvolver métodos apropriados para avaliar a abrasividade dos dentifrícios.

O objetivo do presente trabalho foi estabelecer as condições experimentais apropriadas para a avaliação da abrasividade dos dentifrícios pelo método radiométrico, que consiste na medida da radioatividade beta do ^{32}P transferida para as suspensões de dentifrício e de material de referência, quando dentes humanos irradiados sob fluxo de nêutrons de um reator nuclear são submetidos a operações de escovação com a suspensão do dentifrício em teste e com a suspensão do material de referência pirofosfato de cálcio. A relação entre as taxas de contagens do ^{32}P obtidas nestas suspensões nos fornece o grau de abrasividade relativo do dentifrício ou RDA (Radioactive Dentine Abrasion).

Para a obtenção de resultados confiáveis da abrasividade dos dentifrícios, foram estabelecidas as condições experimentais apropriadas estudando-se os parâmetros, tais como, a irradiação dos dentes no reator, a medida de atividade do

³²P e as condições para a escovação dos dentes. Foi realizada uma comparação entre os resultados dos índices de abrasividade dos dentifrícios obtidos no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), com aqueles obtidos no Instituto de Saúde Oral da Universidade de Indiana (EUA), indicando uma boa concordância entre os resultados. Os desvios padrões relativos dos resultados obtidos no IPEN variaram de 4,2 a 10,3%, indicando uma boa precisão das análises. Os desvios padrões relativos dos resultados obtidos na Universidade de Indiana variaram de 12,6 a 18,4%. Além disso, os valores de RDA mostraram que os dentifrícios analisados neste trabalho estão dentro dos valores permitidos pela American Dental Association (ADA).

Foi realizada também uma comparação entre as abrasividades de dois lotes de pirofosfato de cálcio, provenientes da Monsanto Co. (EUA), e de um lote de carbonato de cálcio, proveniente da Rhône-Poulenc (Inglaterra), todos de grau dentifrício utilizados como materiais de referência na determinação da abrasividade de dentifrícios. Posteriormente foi verificado se há uma correlação entre a abrasividade destes materiais de referência, o tamanho médio e a forma das suas partículas. A análise do tamanho médio das partículas foi realizada pelo método da sedimentação e a da forma das partículas pela microscopia eletrônica de varredura.

Foram também obtidos resultados de índices de abrasividade mostrando que uma mesma marca de dentifrício pode apresentar diferentes valores de RDA, dependendo do lote analisado.

STUDY OF RADIOMETRIC METHOD FOR DENTIFRICE ABRASIVITY EVALUATION

Carla Costa Cardoso Zoppe

ABSTRACT

Determinations of the dentifrice abrasivity are of great interest to the industries for the quality control of these products and raw materials, to the dentists in order to prescribe appropriate dentifrices to their patients, and to the population to avoid the use of abrasive products that cause excessive wear on the teeth and restorative materials, or the use of dentifrice presenting low abrasivity for cleaning the teeth. Consequently, it is of great importance to develop appropriate methods to evaluate the dentifrice abrasion.

The purpose of this study was establish the experimental conditions for obtaining the dentifrices abrasivity data by radiometric method. This method consists on the measurement of β activities of ^{32}P transfered to the dentifrice and reference material slurries, when irradiated human teeth with thermal neutron flux of the nuclear reactor are submitted for brushing with dentifrice slurry and also with calcium pyrophosphate reference material slurry. The abrasivity index or RDA (Radioactive Dentine Abrasion) is the ratio of ^{32}P counting rates obtained for dentifrice and reference material slurries.

In order to obtain reliable results, experimental conditions for the irradiation of the teeth in a nuclear reactor, as well as the conditions for measuring ^{32}P activities and for brushing were established. Comparisons made between the data obtained at the Radiochemistry Division of Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) and those obtained by Oral Health Research Institute of Indiana University showed

a good agreement of these results. The relative standards of the RDA results obtained at the IPEN ranged from 4.2 to 10.3%, and in the case of Indiana University results, they varied from 12.6 to 18.4%. Besides, the RDA values in the dentifrices analyzed are within the value permitted by American Dental Association (ADA).

Comparison was made between the abrasivities obtained for two different lots of calcium pyrophosphate reference materials provided from Monsanto Co. (USA), and also for a lot of calcium carbonate reference material from Rhône-Poulenc (England). The correlation between the reference material abrasivity data and size and shape of their particles were examined. The particle size was evaluated by method based on settling of the particles and the particle shape was analyzed by scanning electron microscopy.

Also abrasivity data obtained for some samples showed that a same brand of dentifrice can present distinct values of RDA depending on the lot analyzed.

SUMÁRIO

	Página
1 INTRODUÇÃO	01
2 MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DA ABRASIVIDADE DOS DENTIFRÍCIOS	11
2.1 Considerações Gerais	11
2.2 Métodos utilizados para avaliação da abrasividade dos dentifrícios	12
3 PARTE EXPERIMENTAL	20
3.1 Parte experimental da avaliação da abrasividade dos dentifrícios realizada no IPEN	20
3.1.1 Reagentes químicos	20
3.1.2 Materiais dentários	21
3.1.3 Equipamentos utilizados	21
3.1.4 Materiais utilizados	23
3.1.5 Preparação da solução traçador de ^{32}P	25
3.1.6 Preparação da solução diluente para uso na obtenção da suspensão de material de referência	26
3.1.7 Preparação da suspensão do dentifrício e do material de referência	26
3.1.8 Procedimento para avaliação do índice de abrasividade dos dentifrícios	27
3.2 Parte experimental da avaliação da abrasividade dos dentifrícios realizada no Instituto de Saúde Oral da Universidade de Indiana	32
3.2.1 Reagentes químicos	32
3.2.2 Materiais dentários	32

3.2.3 Equipamentos utilizados	32
3.2.4 Preparação da suspensão do dentífrico e do material de referência	34
3.2.5 Procedimento utilizado na Universidade de Indiana para avaliação do índice de abrasividade dos dentífricos	34
3.3 Resultados dos ensaios preliminares para o estabelecimento das condições experimentais	38
3.3.1 Estabelecimento das condições para irradiação das raízes dos dentes no reator nuclear	38
3.3.2 Verificação da presença de radioisótopos interferentes na medida da atividade de ^{32}P	40
3.3.3 Verificação da necessidade do uso do fator de correção f na determinação da RDA	43
3.3.4 Influência da força aplicada sobre as escovas dentais no desgaste da dentina e no valor da RDA	45
3.3.5 Comportamento da dentina irradiada quando submetida às escovações	47
3.3.6 Medida do pH das suspensões após a adição da solução traçador	49
3.3.7 Determinação da RDA utilizando-se os detectores Geiger Müller e cintilador plástico	50
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
4.1 Resultados da abrasividade dos dentífricos obtidos no IPEN e na UI	53
4.2 Determinação da abrasividade do pirofosfato de cálcio RCPP pelo método radiométrico	55
4.3 Análise da distribuição do tamanho das partículas de pirofosfato de cálcio	55
4.4 Morfologia das partículas de pirofosfato de cálcio	59
4.5 Determinação da abrasividade dos dentífricos utilizando como material de referência o carbonato de cálcio precipitado	60
4.6 Determinação da abrasividade do carbonato de cálcio precipitado pelo método radiométrico	62

4.7	Análise da distribuição do tamanho das partículas de carbonato de cálcio precipitado	62
4.8	Morfologia das partículas de carbonato de cálcio precipitado	64
4.9	Determinação da abrasividade de dentifrícios de lotes diferentes	65
5	CONCLUSÕES	67
Apêndice 1 - 1.1	Resultados individuais de RDA obtidos no IPEN	69
	1.2 Resultados individuais de RDA obtidos na UI	70
Apêndice 2 -	Resultados individuais de RDA para o pirofosfato de cálcio lote RCPP e para o carbonato de cálcio precipitado	71
Apêndice 3 -	Resultados da análise da distribuição do tamanho das partículas de pirofosfato de cálcio RCPP	72
Apêndice 4 -	Resultados da análise da distribuição do tamanho das partículas de pirofosfato de cálcio ARCPP	73
Apêndice 5 -	Resultados individuais de RDA dos dentifrícios obtidos com o material de referência carbonato de cálcio precipitado	74
Apêndice 6 -	Resultados da análise da distribuição do tamanho das partículas de carbonato de cálcio precipitado	75
Apêndice 7 -	Resultados individuais de RDA para diferentes lotes de dentifrícios	76
Anexo 1 -	Expressões matemáticas para o cálculo da propagação de erros	77
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	79

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

Dentifrício é um termo que inclui as pastas dentais e os pós, bem como outros veículos como as suspensões utilizadas na limpeza dos dentes. Atualmente predominam os dentifrícios na forma de pasta, que são produzidos basicamente com os seguintes componentes: material abrasivo, responsável pela limpeza e polimento dos dentes; detergente, para reduzir a tensão superficial da água utilizada durante a escovação, emulsificar e suspender os resíduos alimentares; agente espessante, para manter a pasta homogênea; agente umectante, para prevenir a perda de água da pasta quando exposta ao ar; substância para promover cor e sabor; água; e, em alguns produtos, agentes terapêuticos de ação específica e uma pequena quantidade de conservantes.

O hábito de limpar os dentes tem sido uma preocupação antiga do homem. Sabe-se que na Antiguidade os gregos, romanos e hebreus limpavam seus dentes utilizando alguns materiais que continham partículas minerais altamente abrasivas, como pó de pedra pomes ou mármore macerado. Os dentifrícios na forma de pó foram os mais utilizados até o início do século vinte. A partir de 1930 até meados de 1940, iniciou-se o uso de sabões na fabricação de dentifrícios, dando origem a produtos com espuma na sua utilização. Mais tarde, detergentes sintéticos foram utilizados para promover melhores combinações com outros ingredientes e obter melhor sabor (HEFFERREN, 1974; DAVIS, 1980). O primeiro estudo realizado com êxito sobre o uso de dentifrícios fluoretados foi em 1954, com a utilização do fluoreto de zinco, parcialmente compatível com o abrasivo adotado, pirofosfato de cálcio, cujo uso demonstrou uma significativa redução da incidência de cáries (STOOKEY, 1991). Atualmente a composição de uma pasta dental varia conforme

o fabricante, entretanto, a Tabela 1.1 (VOLPE, 1982) apresenta a porcentagem em peso aproximada dos componentes atualmente utilizados na fabricação das pastas dentais.

Tabela 1.1: Porcentagem em peso aproximada dos componentes utilizados na fabricação das pastas dentais

Componentes	% em Peso dos Componentes
Material abrasivo	25 a 60
Detergente	acima de 2
Agente espessante	acima de 2
Agente umectante	20 a 40
Substância para promover o sabor	acima de 1,5
Conservantes, substância para promover a cor	acima de 3
Água	15 a 50
Agentes terapêuticos	acima de 2

O papel que os dentífricos desempenham na prevenção de doenças orais é, por definição, limpar as superfícies acessíveis dos dentes. Este papel engloba a remoção mecânica, juntamente com a escova, de resíduo alimentar, placa dental, película e mancha superficial do dente, diminuindo a formação de cáries, o mau hálito e mantendo a saúde da gengiva. Segundo NEWBRUN (1989), a formação da placa dental consiste na deposição de bactérias e produtos de seu metabolismo não calcificados, além de proteínas da saliva, células epiteliais e resíduos alimentares

que aderem à superfície do dente. A película, por sua vez, é formada por uma fina camada de glicoproteína da saliva adsorvida na superfície do esmalte, sendo a base para adesão de microrganismos e desenvolvimento da placa dental. A pigmentação da película adquirida forma manchas na superfície do dente.

O estudo sobre a abrasividade dos dentífrícios tem se tornado de grande importância, uma vez que atualmente existem várias marcas destes produtos e suas propriedades abrasivas devem ser apropriadas para a limpeza dos dentes, sem ocasionar um desgaste excessivo. Além disso, esse assunto tem despertado grande interesse, principalmente a medida que os povos estão vivendo mais tempo e necessitam manter seus dentes naturais, por questão de bem estar e saúde.

Diversos pesquisadores têm realizado estudos sobre a avaliação da abrasividade dos dentífrícios, e vários métodos têm sido desenvolvidos ao longo dos anos. Entre estes métodos destacam-se o método radiométrico, da medida do perfil superficial do dente, gravimétrico, difusométrico a laser e o da microscopia eletrônica. No Capítulo 2 será apresentada uma revisão de métodos desenvolvidos para avaliação da abrasividade dos dentífrícios.

No Brasil, a ausência de métodos padronizados para as determinações da abrasividade de dentífrícios é uma das razões para a falta de dados sobre esta característica dos dentífrícios. Além disso, como estas determinações são feitas somente no exterior, o desenvolvimento desta pesquisa vem sendo solicitado por entidades como a Associação Brasileira de Odontologia (ABO), que tem se preocupado com a normalização de metodologias para o controle de produtos odontológicos. O desenvolvimento de métodos apropriados é de tal importância que em 1984 foi realizado um trabalho de cooperação internacional para o estudo de métodos laboratoriais para a avaliação da abrasividade de dentífrícios (HEFFERREN, 1984).

A abrasividade é uma das propriedades dos dentífrícios mais importante e mais discutida, isto porque os abrasivos podem proporcionar a limpeza dos dentes tão bem quanto causar danos nos tecidos orais (WILKINSON e PUGH, 1970; DAVIS,

1980; SMITH e KNIGHT, 1984). Desde que as pesquisas científicas indicaram que os dentífricos devem apresentar um índice de abrasividade adequado para exercer a sua função de limpeza dos dentes sem provocar o desgaste excessivo, diversos estudos têm sido realizados com o objetivo de avaliar, nestes produtos, o seu poder abrasivo, bem como para desenvolver métodos apropriados e padronizados para estas determinações (AMERICAN DENTAL ASSOCIATION, 1984). Os dentífricos, em geral, devem ser abrasivos o suficiente para realizar suas funções, sem causar danos aos dentes, ou seja, os dentífricos devem proporcionar máxima limpeza, com o mínimo de desgaste dos dentes (VOLPE, 1982). Consequentemente, a abrasividade destes produtos deve ser controlada para evitar que esta forma de higiene oral, usando escovas e dentífricos, se torne uma atividade iatrogênica, provocando o desgaste excessivo de tecidos dentais ou de materiais restauradores.

Sabe-se que para a maioria das pessoas manter seus dentes limpos, é necessário o uso diário de dentífricos contendo agentes de limpeza ou abrasivos. Segundo VOLPE (1982), 90% de uma população que usa dentífricos que não contém abrasivos em sua formulação, obteriam uma película marrom ou mancha na superfície dos dentes. DAVIS (1980) relatou que somente o uso da escova dental não é suficiente para remover a película da superfície do esmalte.

Os abrasivos usados em dentífricos são geralmente sais inorgânicos. Segundo BARBAKOW e col. (1987a), estes abrasivos podem ser carbonato de cálcio e magnésio, fosfato de cálcio, pirofosfato de cálcio, sílica, hidróxido, óxido ou fosfato de alumínio, pó de pedra-pomes, terra diatomácea e silicato de zircônio. A abrasividade destes materiais pode variar consideravelmente dependendo de alguns fatores como a composição química, a estrutura dos cristais, a dureza, a forma das partículas, a distribuição do tamanho das partículas, solubilidade, concentração e a compatibilidade com outros ingredientes do dentífrico (DAVIS, 1978).

Alguns abrasivos são excelentes agentes de limpeza, porém podem não apresentar propriedades para o polimento, tendendo a deixar uma superfície opaca nos dentes. Entretanto existem abrasivos com excelentes características para o polimento, mas são menos eficientes na limpeza dos dentes. Portanto, utiliza-se uma

combinação de diferentes materiais, aproveitando-se as propriedades de limpeza de um e as características de polimento de outro material. Esta combinação é bastante utilizada nos dentífricos e denomina-se “sistema abrasivo” (VOLPE, 1982).

O processo de abrasão e de polimento de uma superfície apresentam conceitos diferentes. A abrasão de uma superfície envolve o seu desgaste, entretanto, o processo de polimento implica na formação de finas ranhuras na superfície até que esta se torne lisa. Desta forma, uma superfície que sofreu abrasão pode não estar polida, porém, o polimento de uma superfície requer o seu desgaste (NEWBRUN, 1989).

Diversos trabalhos sobre a avaliação da abrasividade dos dentífricos têm sido realizados utilizando o método radiométrico (STOOKEY e MUHLER, 1968; DAVIS, 1975; SAXTON e COWELL, 1981; REDMALM e RYDÉN, 1984; BARBAKOW e col., 1989, 1987b, 1992; CORNELL, 1991). Dentre estes trabalhos destaca-se o de BARBAKOW e col (1987 b), que realizaram um estudo para a determinação da abrasividade de duas amostras de dentífricos contendo como material abrasivo o carbonato de cálcio. Os valores de RDA obtidos para estes dentífricos foram de 433 e 128. Já para dois outros dentífricos contendo metáfosfato de sódio insolúvel como abrasivo, foram obtidos valores de RDA iguais a 446 e 194. Esta variação nos valores de RDA para dentífricos contendo o mesmo tipo de abrasivo, segundo os autores, deve-se, provavelmente, à diferença de concentração dos abrasivos, seu método de obtenção e aos agentes espessantes utilizados na fabricação dos dentífricos. Uma variação significativa nos valores de RDA também foi obtida para dentífricos de sete lotes diferentes da mesma marca. Estes valores de RDA variaram de 111 a 333 para um dentífrico denominado A e de 180 a 291 para um dentífrico B. Isto ocorreu, segundo os mesmos autores, devido às alterações na composição dos dentífricos ou controle de qualidade inadequado dos seus produtos. CORNELL (1991), STOOKEY e MUHLER (1968), também verificaram alterações na composição dos dentífricos sem que os fabricantes identificassem um produto diferente.

Vários materiais tem sido utilizados como corpo de prova para a determinação da abrasividade dos dentífricos “*in vitro*”, tais como: dentes humano e bovino, metais e acrílico. Segundo GRABENSTETTER e col. (1958), BULL e col. (1968), HEFFERREN (1976), apenas o dente tem sido considerado material satisfatório para os testes de abrasão, pois os resultados de abrasividade encontrados utilizando-se os metais não apresentaram nenhuma correlação com aqueles encontrados utilizando-se dentes naturais como corpos de prova, e os resultados obtidos com o acrílico apresentaram grande flutuação.

Vários estudos têm indicado que a perda de material dos dentes causada pela ação dos abrasivos prevalece na junção cimento-esmalte. Experimentos realizados em laboratório, usando dentes extraídos e máquinas adequadas para sua escovação, mostraram que os dentífricos provocam maior desgaste no cimento e na dentina do que no esmalte, e que dentífricos com diferentes agentes abrasivos removem quantidades diferentes de dentina (SAXTON e COWELL, 1981). BARBAKOW e col. (1989) relataram que a quantidade de esmalte desgastada “*in vivo*” é considerada insignificante, entretanto a quantidade de dentina e cimento desgastada pode ocasionar sérios danos aos dentes, já que estes tecidos são mais moles que o esmalte, portanto mais susceptíveis ao desgaste devido à abrasão. Segundo os mesmos autores, quando a abrasão nestes tecidos é diagnosticada, os clínicos procuram minimizar a sua progressão, recomendando dentífricos de abrasividade baixa, mas isto só é possível se o grau de abrasividade destes produtos for conhecido. A dureza de alguns materiais abrasivos e dentários estão apresentados em dureza Knoop (KNH) na Tabela 1.2 conforme BARBAKOW e col, 1987 a.

Tabela 1.2: Dureza Knoop de alguns materiais abrasivos e dentários

Material	KHN
Dentina	65-70
CaCO ₃ (Calcita)	135
CaCO ₃ (Aragonita)	200-260
Esmalte	300
Apatita	430
Feldspato	650
Amalgama	90
Silicatos	70
Cimento	38
Ouro Puro	32
Resina Acrílica	14

Originariamente o cimento e a dentina são protegidos pelo esmalte e tecido periodontal, entretanto, indivíduos que apresentam o cimento ou a dentina expostos, podem perder quantidades significativas de dente durante a escovação. Isto é bastante comum para indivíduos que apresentam retração gengival, ocasionada por doença, técnica incorreta de escovação e idade avançada.

A Figura 1.1 apresenta o diagrama do corte de um dente incisivo com seus principais componentes: (P) polpa, (D) dentina, (C) cemento e (E) esmalte.

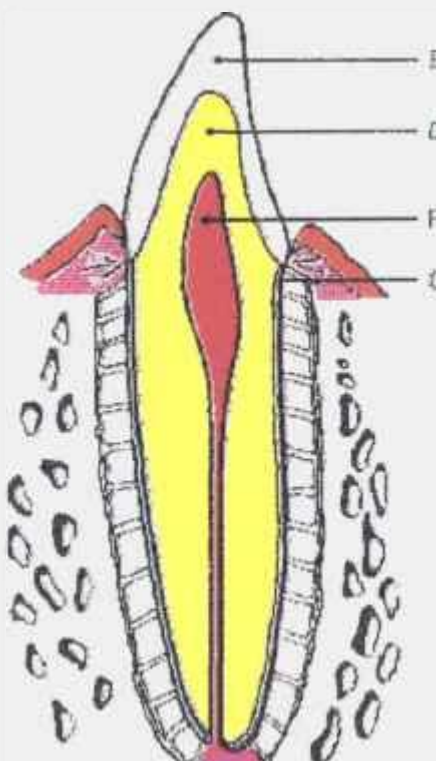


Figura 1.1 - Diagrama do corte de um dente incisivo
(DUNN e SHAPIRO, 1975)

O primeiro estudo sobre a avaliação do grau de abrasão dos dentífrícios foi realizado por MILLER (1907), que verificou que os dentífrícios daquela época eram capazes de causar danos aos dentes, destruindo a camada de cemento e a dentina, porém provocando poucos efeitos no esmalte. Conforme mencionado por HEFFERREN (1974), o uso de um dentífrício muito abrasivo pode causar desgaste na porção da raiz do dente (ou dentina), normalmente coberta pela gengiva e uma fina camada de cemento, mas não causaria problemas no esmalte, que apresenta dureza aproximadamente quatro vezes maior que a dentina.

A dentina é um tecido quimicamente composto por aproximadamente 70% em peso de material inorgânico, 20% em peso de material orgânico, e 10% em peso de água. Os componentes inorgânicos são constituídos principalmente de hidroxiapatita, e os componentes orgânicos são constituídos de colágeno e uma pequena fração de glicoproteínas e proteínas do plasma. A fase inorgânica da dentina faz com que ela seja sensivelmente mais mole que o esmalte (TEN CATE, 1989).

Este trabalho tem como objetivo estabelecer as condições experimentais apropriadas para avaliação da abrasividade dos dentifrícios pelo método radiométrico, baseado no trabalho de HEFFERREN (1976) e utilizando-se a dentina humana como corpo de prova. O desenvolvimento desta pesquisa é de grande importância uma vez que as determinações de abrasividade dos dentifrícios são feitas somente no exterior, e hoje o IPEN é o primeiro centro da América Latina a fornecer estes dados.

Uma vez que vários fatores, tais como tempo e fluxo de nêutrons para irradiação das dentinas no reator nuclear, preparação das amostras para medida da atividade beta e equipamento de medida da atividade das amostras influem na obtenção de resultados confiáveis do índice de abrasividade, inicialmente foram realizados alguns ensaios para o estabelecimento das condições experimentais.

Estabelecidas as condições experimentais, passou-se para o estudo da precisão dos resultados, bem como da comparação entre os resultados de abrasividade obtidos pelo método radiométrico na Supervisão de Radioquímica do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) e no Instituto de Saúde Oral da Universidade de Indiana. Uma vez determinados os índices de abrasividade, os dentifrícios analisados nos dois institutos foram classificados com relação ao seu potencial de limpeza, segundo o critério de BARBAKOW e col. (1987c).

A Associação Brasileira de Odontologia (ABO) tem sugerido o uso do carbonato de cálcio como material de referência na determinação do grau de abrasão dos dentifrícios, por ser o material mais utilizado como abrasivo nas pastas dentais

comercializadas no Brasil. Visto que os resultados de abrasividade dependem também dos materiais de referência utilizados, foi realizado um estudo comparativo da abrasividade do pirofosfato de cálcio grau dentifrício da Monsanto Co. (EUA), e carbonato de cálcio precipitado, cedido pela Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto (FORP), procedência RHÔNE-POULENE (Inglaterra). Este estudo foi realizado utilizando os dados de RDA obtidos pelo método radiométrico, bem como pela análise da distribuição do tamanho médio de partículas pelo método da sedimentação e pela análise da forma das partículas pela microscopia eletrônica de varredura.

O método radiométrico foi também aplicado na comparação entre as abrasividades obtidas para dentifrícios da mesma marca, porém de lotes diferentes.

CAPÍTULO 2

MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DA ABRASIVIDADE DOS DENTIFRÍCIOS

2.1 Considerações gerais

Vários métodos tem sido desenvolvidos para a avaliação da abrasividade dos dentifrícios, podendo ser divididos em duas classes de testes: “*in vitro*” e “*in vivo*”.

Os testes “*in vivo*” para avaliação da abrasividade dos dentifrícios são geralmente morosos, devido a necessidade de um grande número de voluntários dispostos a usar uma determinada marca de produto durante um longo período de teste. Além disso, a formação de novas películas aderentes nas superfícies dos dentes durante o teste podem mascarar os resultados. Entretanto, estes testes vêm sendo estudados para avaliar o desgaste provocado nas superfícies dos dentes, resultante da sua escovação (NOORDMANS e col. 1991; CHRISTENSEN e BANGERTER, 1987). BULL e col.(1968), DAVIS e REES (1975), encontraram uma boa correlação entre os testes “*in vivo*” e “*in vitro*” na determinação da abrasividade usando a dentina.

É bastante difícil reproduzir em laboratório a situação que ocorre em estudos clínicos, devido a vários parâmetros como: pressão exercida sobre a escova, direção, velocidade e frequência de escovação, tipo de escova, presença de saliva e de placa, além da diferença individual nos hábitos de escovação e da estrutura gengival. SAXTON e COWELL (1981) compararam o teste “*in vitro*” por meio do método radiométrico com o teste “*in vivo*” pela avaliação do desgaste de uma réplica do dente, e concluíram que existe uma boa correlação entre os resultados obtidos pelos

dois testes, apesar do efeito dos abrasivos no desgaste da dentina em estudos clínicos ser muito menor do que aquele obtido em testes de laboratório.

A seguir são descritos, de maneira resumida, os métodos mais utilizados para avaliação da abrasividade dos dentifrícios.

2.2 Métodos utilizados para avaliação da abrasividade dos dentifrícios

Método da medida do perfil superficial do dente

A primeira menção do uso bem sucedido de aparelhos para medida do perfil superficial do dente, foi feita por ASHMORE e col. (1972), que mediram o desgaste provocado na dentina pela ação do carbonato de cálcio usando um aparelho denominado rugosímetro. Este aparelho é constituído por uma “agulha” de diamante que percorre a superfície do dente fornecendo gráficos ampliados do seu perfil em até 200 000 vezes. Antes e após a escovação mecânica com uma suspensão de dentifrício, o dente é ajustado ao rugosímetro acoplado a um microcomputador que fornece a medida da área ou da massa desgastada do dente. Este método foi utilizado em testes “*in vitro*” e “*in vivo*” por MURRAY e col. (1986), que concluíram que há uma boa correlação entre os dois testes. Vários trabalhos têm sido realizados sobre a influência do tamanho das partículas dos abrasivos tão bem quanto a influência da dureza das cerdas das escovas dentais, utilizando o método da medida do perfil superficial do dente (DE BOER e col., 1985; ASHMORE e col., 1972; HARTE e MANLY, 1975). Trata-se de um método bastante sensível, que permite analisar pequenas alterações provocadas na superfície da dentina ocasionada pela escovação.

Método difusométrico a laser

As propriedades ópticas também têm sido utilizadas na avaliação do poder de abrasão dos dentífrícios em testes “*in vitro*”. Este método utiliza feixes de raios laser por serem monocromáticos, paralelos e de alta intensidade. São utilizados como corpos de prova acrílicos (REDMALM e RYDÉN, 1984, 1979; REDMALM, 1986) ou réplicas transparentes do dente humano (MANLY e col., 1975). A parte instrumental deste método consiste de um feixe de raios laser que passa através do corpo de prova e é refletido por um espelho, que coleta a luz transmitida e refletida pela réplica, atingindo uma fotocélula conectada a um equipamento eletrônico, para converter a corrente transmitida pela fotocélula em voltagem, a um amplificador e a um voltímetro que realiza as medidas. Estas medidas são realizadas antes e após a escovação com a suspensão do dentífrício em teste. O equipamento é simples e barato, para medidas rápidas, exatas e reprodutíveis para determinação da abrasividade dos dentífrícios.

Método da microscopia eletrônica

No método da microscopia eletrônica, os testes são realizados utilizando-se como referência réplicas de silicone do dente. No caso, o desgaste é avaliado pela medida do número e profundidade dos riscos apresentados pela réplica, antes e após a escovação do dente com o dentífrício em teste. CHRISTENSEN e BANGERTER (1987), SAXTON (1973) avaliaram o desgaste “*in vivo*” devido ao polimento da dentina e do esmalte por meio da microscopia eletrônica, e observaram um desgaste severo na dentina, porém o esmalte não foi muito susceptível à abrasão.

Método gravimétrico

O método gravimétrico para avaliação da abrasividade de dentifrícios consiste na determinação da perda de peso de um corpo de prova submetido a escovação mecânica juntamente com uma suspensão de dentifrício. Este método foi primeiramente estudado por EPSTEIN e TAINTER (1943), que obtiveram uma grande variação dos resultados de abrasão provocados no dente. Metais, dentes naturais e superfícies acrílicas têm sido utilizados como corpos de prova. Segundo BARBAKOW e col. (1987b), os resultados da abrasividade dos dentifrícios obtidos com o uso de metais não se correlacionam bem com aqueles encontrados utilizando-se dentes naturais. Utilizando o acrílico, os resultados apresentam grande flutuação, devido à absorção de água e óleos da suspensão de dentifrício pelo corpo de prova. No caso do uso de dentes naturais, há também dificuldade em se controlar exatamente a perda de água da dentina e do cimento, uma vez que estes tecidos apresentam diferentes graus de absorção de água. BARBAKOW e col. (1992), compararam os resultados da abrasividade de vinte e um dentifrícios pelos métodos gravimétrico e radiométrico, e obtiveram apenas quatro dentifrícios com resultados similares. Apesar disto, esta técnica gravimétrica vem sendo utilizada devido a sua simplicidade na prática, não requerendo o uso de equipamentos muito sofisticados.

Método radiométrico

GRABENSTETTER e col. (1958) desenvolveram o teste de abrasão na dentina radioativa, ou RDA (Radioactive Dentine Abrasion), e no esmalte radioativo, ou REA (Radioactive Enamel Abrasion). Este teste consiste na medida da radioatividade do ^{32}P transferida para a suspensão de dentifrício e de material de referência, quando dentes humanos irradiados sob fluxo de nêutrons de um reator nuclear são submetidos a operações de escovação mecânica, com a suspensão de dentifrício em teste e com a suspensão do material de referência carbonato de cálcio. A relação entre as taxas de contagens do ^{32}P obtidas nestas suspensões nos

fornece o índice ou grau de abrasividade relativo do dentífrico. Este método foi modificado por HEFFERREN (1976), que alterou as condições utilizadas por GRABENSTETTER e col. (1958) no que se refere à irradiação dos dentes, ao material de referência e introduziu correções nas medidas da radioatividade do ^{32}P para o cálculo da abrasividade dos dentífricos. DOBBS e ABBOTT (1968) desenvolveram um método para medida da abrasividade relativa dos dentífricos utilizando amostras de plástico incorporadas com metilmetacrilato radioativo ao invés de usar dentes naturais, entretanto, os efeitos causados no plástico devido à escovação não se relacionaram com o desgaste obtido em dentes naturais.

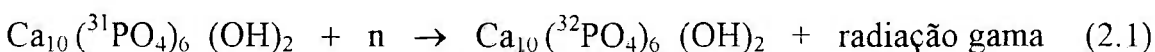
Existem dois procedimentos para aplicação do método radiométrico: um deles adotado pelo Laboratory Abrasion Committee da American Dental Association (ADA), (HEFFERREN 1976), e o outro apresentado pelo British Standards Institute (BSI), (BRITISH STANDARD SPECIFICATION FOR TOOTHPASTES 1981). A diferença entre os dois procedimentos está basicamente nas condições de irradiação e na composição do material de referência utilizado, sendo o pirofosfato de cálcio usado pela ADA e o carbonato de cálcio usado pelo BSI.

Entre as vantagens deste método estão a reprodutibilidade dos resultados e a possibilidade de comparação dos resultados obtidos por diferentes laboratórios. HEFFERREN e col. (1984) fizeram uma comparação entre os resultados do grau de abrasividade de dentífricos fabricados com pirofosfato e carbonato de cálcio separadamente, obtidos por diferentes laboratórios, aplicando-se os métodos da medida do perfil superficial do dente e o radiométrico segundo o procedimento da ADA e do BSI. As médias dos valores do grau de abrasividade obtidos pelos procedimentos radiométricos da ADA e BSI foram similares, entretanto comparando-as com as obtidas pelo método da medida do perfil superficial, estes valores apresentaram uma grande discrepância. Segundo DAVIS (1979), o método da medida do perfil superficial é uma técnica mais sensível para detectar diferenças de abrasividade entre pastas dentais, do que o método radiométrico, porém o método radiométrico apresenta maior precisão nos resultados. O autor ainda relata que as diferenças entre os valores obtidos do grau de abrasão pelos dois métodos,

podem ser ocasionadas por alterações nas propriedades da dentina durante a irradiação, reduzindo a sua resistência aos abrasivos dos dentifrícios, e ocasionadas pelas diferenças nas diluições feitas nos dois métodos durante a preparação das suspensões de dentifrício e material de referência. WRIGHT apud DAVIS, (1979, p.12) mostrou que estas diferenças nas diluições ficam acentuadas porque a abrasividade de partículas grandes decresce mais rapidamente com sucessivas diluições quando comparada com a das partículas mais finas, ou seja, dentifrícios que apresentam elevado conteúdo de partículas finas, quando diluídos, não decrescem em abrasividade tanto quanto dentifrícios contendo a mesma porcentagem em peso de partículas grandes. Entretanto, CORDON (1971) comparou a abrasividade de sete dentifrícios obtidos pelos métodos radiométrico e do perfil superficial do dente, e concluiu que os resultados obtidos pelos dois métodos são altamente concordantes, sendo que o método radiométrico é mais preciso. GRABENSTETTER e col. (1958), observaram que a dentina não sofre alterações significativas depois da irradiação utilizando um fluxo de nêutrons de $\sim 5 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ por um período de uma semana. Já DAVIS (1975) verificou uma redução na resistência ao desgaste da dentina de 25%, com a irradiação, entretanto não observou alterações significativas na dureza da dentina.

O método radiométrico desenvolvido neste trabalho para avaliação do grau de abrasividade dos dentifrícios se baseia na técnica do radiotraçador apresentado por HEFFERREN (1976).

Neste método, dentes humanos extraídos e preservados em solução de formaldeído são cortados, separando-se a raiz da coroa, sendo a raiz do dente irradiada com nêutrons do reator nuclear. Durante a irradiação parte do ^{31}P da hidroxiapatita do dente é convertido em ^{32}P (radioativo) segundo a reação nuclear:



O ^{32}P emite radiação β de 1,7 MeV e a sua meia-vida é de 14,3 dias.

O cálcio, oxigênio e hidrogênio presentes na amostra, ao serem irradiados não interferem nas medidas do ^{32}P (GRABENSTETTER e col., 1958). Além destes nuclídeos, há formação do ^{24}Na , emissor gama de meia vida de 15 horas que pode interferir nas medidas do ^{32}P . Para evitar este problema e a exposição do analista à alta dose de radiação, a escovação da amostra é realizada após o decaimento radioativo do ^{24}Na , cerca de uma semana após a irradiação.

O dente é fixo em uma placa de resina de metacrilato, e submetido a operações de escovação com a suspensão do material de referência pirofosfato de cálcio, seguida da escovação com a suspensão do dentifrício em estudo e novamente com uma outra suspensão de material de referência pirofosfato de cálcio, nas mesmas condições.

Depois da escovação, alíquotas das suspensões do material de referência e do dentifrício são submetidas a decantação e são secas em estufa para a medida da atividade beta do ^{32}P .

O valor relativo da abrasividade dos dentifrícios provocada na dentina, é obtido por meio da relação:

$$\text{RDA} = \frac{\bar{C}_D \cdot f \cdot 100}{\bar{C}_{MR}} \quad (2.2)$$

onde: RDA - “radioactive dentine abrasion” ou índice de abrasividade provocada na dentina.

\bar{C}_D - média das taxas de contagens de ^{32}P das suspensões de dentifrício.

\bar{C}_{MR} - média das taxas de contagens de ^{32}P das suspensões de material de referência.

f - fator de correção das contagens, devido às características diferentes de auto-absorção e retroespalhamento na medida de radiação beta das suspensões de dentifrício e de material de referência.

No caso em que a coroa do dente é irradiada no reator nuclear e submetida a operações de escovação conforme descrito para a dentina, obtém-se o valor relativo da abrasividade dos dentifrícios provocada no esmalte, utilizando-se a relação:

$$REA = \frac{\bar{C}_D \cdot f \cdot 10}{C_{MR}} \quad (2.3)$$

onde: REA - “radioactive enamel abrasion” ou índice de abrasividade provocada no esmalte.

\bar{C}_D - média das taxas de contagens de ^{32}P das suspensões de dentifrício.

\bar{C}_{MR} - média das taxas de contagens de ^{32}P das suspensões de material de referência.

f - fator de correção das contagens, devido às características diferentes de auto-absorção e retroespalhamento na medida de radiação beta das suspensões de dentifrício e de material de referência.

Os números 100 da equação (2.2) e 10 da equação (2.3), referem-se aos valores de RDA e REA, respectivamente, adotados para o material de referência pirofosfato de cálcio na determinação da abrasividade provocada na dentina e no esmalte conforme a ADA (BARBAKOW e col., 1989).

Obtendo-se o valor de RDA, o dentifrício em estudo poderá ser classificado quanto ao seu potencial de limpeza: baixo para dentifrícios com $RDA < 50$; médio para $50 \leq RDA \leq 100$ e alto para $RDA > 100$ (BARBAKOW e col., 1987c). A ADA considera RDA igual a 250 como valor máximo de abrasividade permitida para os dentifrícios (FEDERAL REGISTER 45:62, 20676 apud CORNELL, 1991, p.11).

O valor do RDA não pode ser diretamente relacionado com um efeito clínico específico, entretanto pode indicar a habilidade do produto para a limpeza dos

dentes ou seu potencial de limpeza. Isto é, os valores de RDA devem ajudar os clínicos a escolher um dentifrício que esteja de acordo com as necessidades do paciente (BARBAKOW e col, 1989).

Segundo BARBAKOW e col. (1987c), os dentifrícios podem ser prescritos pelos clínicos de acordo com a seguinte recomendação:

- Para crianças com menos de dez anos: dentifrícios com RDA de 50 a 100 e escova dental com cerdas de dureza média ou macia.
- Para crianças acima de dez anos e adultos: dentifrícios com RDA de 50 a 100 e escova dental com cerdas de dureza média ou dura.
- Para adultos que apresentam facilmente manchas nos dentes: dentifrícios com RDA de 100 a 150 e escova dental com cerdas de dureza média.
- Para pacientes que apresentam erosão nos dentes: dentifrícios com RDA abaixo de 50 e escova dental com cerdas macias.

CAPÍTULO 3

PARTE EXPERIMENTAL

Este Capítulo foi dividido em duas partes, na primeira parte estão descritos os experimentos realizados para avaliação da abrasividade na Supervisão de Radioquímica do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), bem como no Instituto de Saúde Oral da Universidade de Indiana (UI) - EUA; e na segunda parte são apresentados os resultados obtidos nos ensaios preliminares realizados para o estabelecimento das condições experimentais para a determinação da abrasividade dos dentifrícios.

3.1 Parte experimental da avaliação da abrasividade dos dentifrícios realizada no IPEN

3.1.1 Reagentes químicos

Os reagentes utilizados foram de grau analítico:

- Formaldeído 37% p.a., Merck
- Hidróxido de sódio p.a., Merck
- Ácido etileno diamino tetraacetato disódico ($\text{Na}_2\text{-EDTA}$) p.a., QEEL
- Ácido clorídrico fumegante p.a., Merck
- Glicerina p.a., Baker Analyzed Reagent

3.1.2 Materiais dentários

- Acrílico auto polimerizante nas formas de pó e líquido, da marca Simplex
- Material de referência pirofosfato de cálcio de grau dentifrício da Monsanto Co. lote RCPP 000M June 14 JZ1
- Material de referência carbonato de cálcio precipitado procedente da Rhône-Poluene, Inglaterra
- Carboximetilcelulose cedido pela Indústria Kolynos do Brasil Ltda

3.1.3 Equipamentos utilizados

- Balança analítica da marca Mettler modelo H16 com precisão de $5 \cdot 10^{-5}$ g
- Balança da marca Helmac HM20 com precisão de 0,01 g
- Estufa para secagem com circulação de ar forçada para temperatura de 30 a 300 °C, da marca Fanem Mod.320-SE
- Destilador de quartzo para água, marca Quartex modelo PB nº15
- Agitador com rotação de 90 rpm da Water Baths marca BTL usado na limpeza dos dentes
- Disco de corte de 30 mm de diâmetro e 1 mm de espessura da marca Dremel acoplado a um motor da marca Motoraser nº58 0570
- Agitador mecânico com rotação de 150 rpm da marca Phywe, usado na preparação da solução diluente e das suspensões de dentifrício e material de referência

- Máquina de escovação. Este equipamento consiste basicamente de um motor que atinge uma rotação de 120 rpm, permitindo uma taxa de 120 escovações ou golpes por minuto (um movimento de ida e volta da escova constitui uma escovação), um suporte que contém em sua extremidade duas escovas de dentes, um contador que registra o número de escovações ou número de golpes aplicados e uma cuba de acrílico para capacidade de 300 ml. Sobre o suporte no qual são fixas as escovas, pode ser colocado um peso formando um conjunto que exerce uma força de 3,0 N sobre as duas escovas dentais. A Figura 3.1 apresenta a fotografia desta máquina de escovação, a qual foi projetada e confeccionada na Oficina Mecânica do IPEN.



Figura 3.1 - Fotografia da máquina de escovação fabricada no IPEN.

- Sistema para medida da atividade de radiação beta, cedido pela Supervisão de Física de Reatores do IPEN. Este sistema é composto por um detector cintilador plástico, desenvolvido no Departamento de Técnicas na Engenharia do IPEN, semelhante ao detector cintilador comercial modelo NE 102A da marca Nuclear

Enterprises com 30% de eficiência para fonte de ^{90}Sr de meia-vida de 28,1 anos e energia de partículas beta de 0,5 MeV, fotomultiplicadora, base para fotomultiplicadora, fonte de alta tensão, pré-amplificador, amplificador, analisador monocanal, medidor de tempo de contagem e contador. Na Figura 3.2 está o esquema do sistema de contagem utilizado:

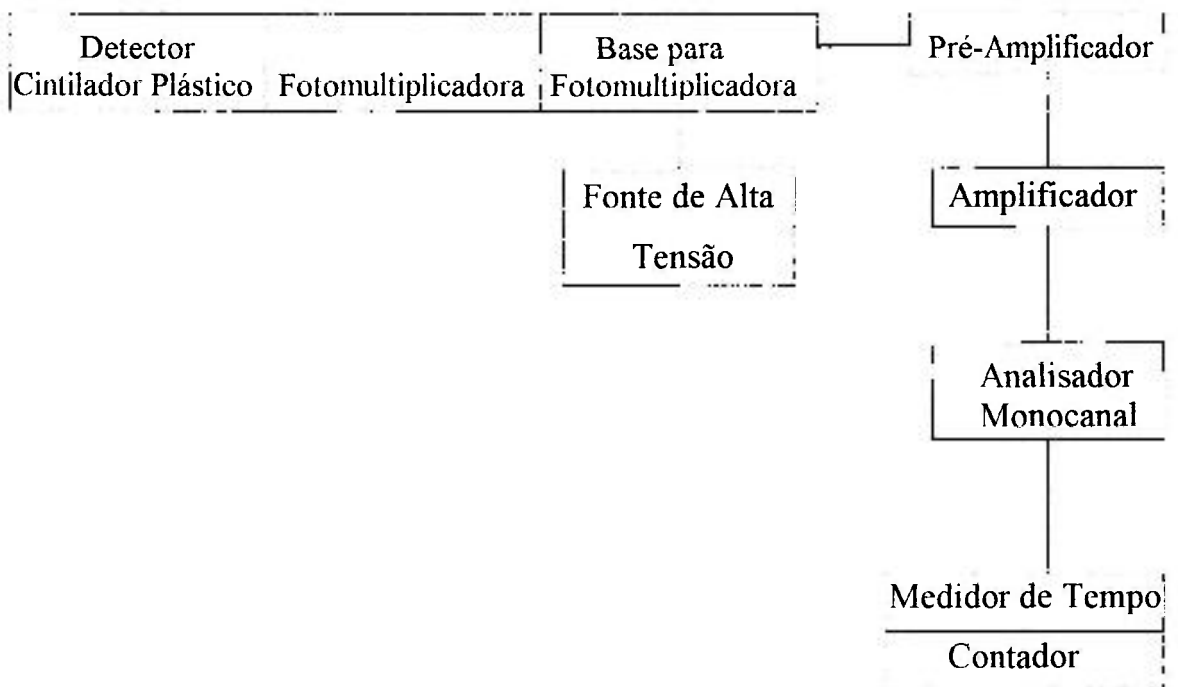


Figura 3.2 - Esquema do arranjo experimental utilizado para contagem de partículas beta.

3.1.4 Materiais utilizados

- Cápsulas de polietileno de alta pureza de dimensões 12 x 30 mm, para irradiação da dentina no reator nuclear

- Frasco de vidro ou plástico de boca larga de dimensões de 50 x 100 mm com capacidade de 80 ml, para preparação das suspensões de dentifrício ou de material de referência
- Pranchetas de acrílico de 30 x 0,8 mm
- Escovas de dentes marca Pepsodent com cerdas de nylon de dureza média
- Pipetador Eppendorf para capacidade de 10 a 100 μl e pipetador da marca John Poulten Ltd. modelo R880/F para capacidade de 500 a 5 000 μl , previamente calibrados.
- Molde de cobre de 80 x 135 mm e espessura de 2 mm para preparação da placa de resina de metacrilato onde a dentina irradiada é implantada. A Figura 3.3 apresenta uma fotografia do molde de cobre, resina de metacrilato e cápsula de polietileno para irradiação das raízes dos dentes.

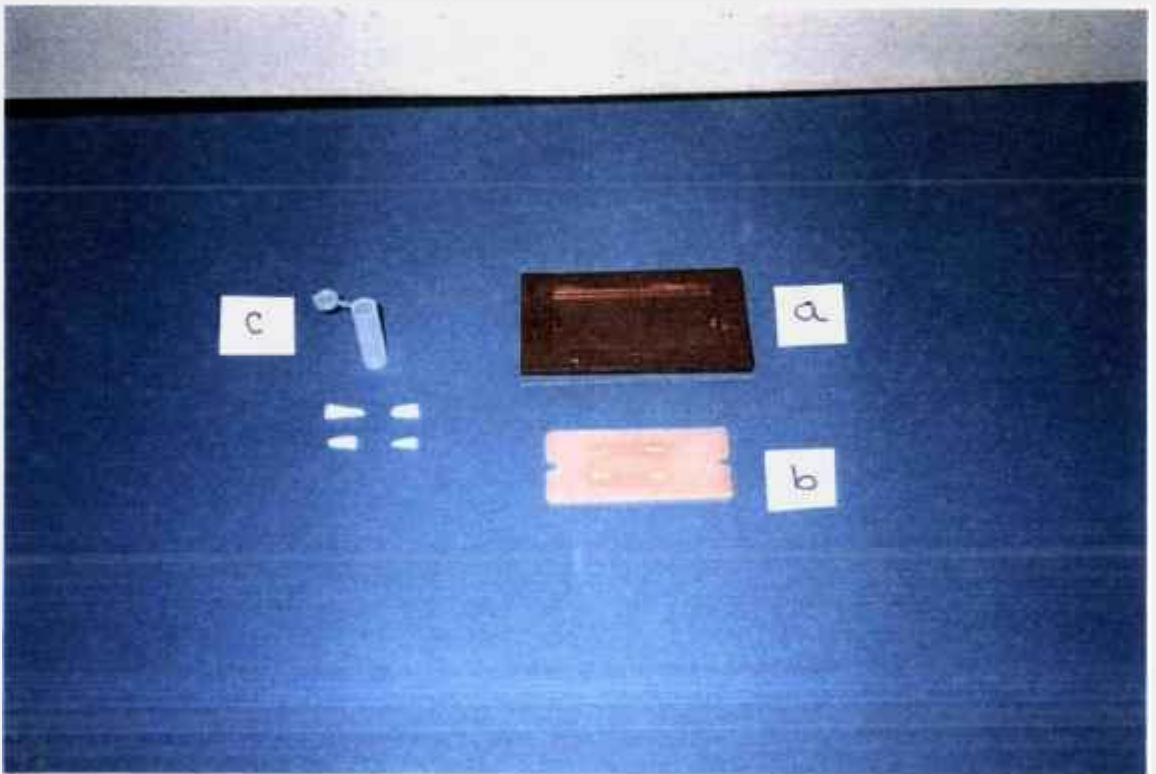


Figura 3.3 - (a) molde de cobre, (b) resina de metacrilato e (c) cápsula de polietileno.

- Amostras de dentifrícios. Na Tabela 3.1 estão apresentados os dentifrícios avaliados neste trabalho, com os seus respectivos componentes abrasivos utilizados em sua fabricação e sua forma de apresentação. Estes dentifrícios foram adquiridos nos supermercados da cidade de São Paulo, SP, e todos foram analisados dentro do seu prazo de validade.

Tabela 3.1 - Características das amostras de dentifrícios.

Dentifrício	Lote	Abrasivos	Forma
A	0095151	Dióxido de silício, Fosfato Monossódico Anidro, Fosfato Dissódico Anidro	Gel
B	0009B00	Carbonato de Cálcio e Fosfato de Cálcio	Creme
C	BH e 00	Dióxido de silício	Gel
D	---	Dióxido de silício, Fosfato Monossódico e Dióxido de Titânio	Creme
E	XR e OT	Carbonato de Cálcio	Creme
F	0071000	Dióxido de Silício	Creme

3.1.5 Preparação da solução traçador de ^{32}P

Cerca de 300 a 500 mg de lascas de dentes foram irradiados em invólucro de plástico por um período de 8 horas, e sob fluxo de nêutrons térmicos de $10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ do reator nuclear IEA-R1 do IPEN-CNEN/SP. Após a irradiação estas lascas foram dissolvidas em uma mistura contendo 20 ml de água destilada e cerca de 20 gotas de ácido clorídrico concentrado, a quente. A solução formada foi

transferida para um balão volumétrico de 25 ml, completando-se o volume com água destilada.

A solução traçador de ^{32}P foi utilizada na determinação do fator de correção f, devido à diferença entre as características de autoabsorção e retroespalhamento de radiação beta nas contagens das amostras de dentifrício e de material de referência.

3.1.6 Preparação da solução diluente para uso na obtenção da suspensão de material de referência

Esta solução foi preparada adicionando-se 5 g de carboximetilcelulose, em pequenas quantidades, em 50 ml de glicerina previamente aquecida a 60 °C e sob agitação. Após a mistura se tornar homogênea, foram adicionados mais 50 ml de glicerina aquecida, mantendo-se o sistema sob agitação por uma hora. Esta solução foi transferida para um bequer com capacidade de 1 litro ao qual foram adicionados 900 ml de água destilada., mantendo a mistura sob agitação por 12 horas. Após este período, a solução deve apresentar aparência límpida e ser utilizada um dia após a sua preparação, a fim de estabilizar a sua viscosidade.

3.1.7 Preparação da suspensão do dentifrício e do material de referência

Foram pesados 25 g de dentifrício em um frasco de vidro ou de plástico, e adicionados 40 ml de água destilada para preparação da suspensão do dentifrício. A suspensão do material de referência foi preparada pesando-se 10 g de pirofosfato de cálcio e adicionando-se 50 ml de solução diluente. As suspensões foram agitadas antes de serem usadas para as escovações.

3.1.8 Procedimento para avaliação do índice de abrasividade dos dentifrícios

Seleção de dentes. Os dentes foram adquiridos da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto-USP e de clínicas odontológicas particulares. Foram selecionados dentes humanos incisivos, (com uma única raiz), permanentes e sem cáries. Após a extração, os dentes foram conservados em solução de formaldeído 4% com pH igual a 7,0.

A conservação dos dentes em solução de formaldeído 4% foi necessária para evitar a deterioração dos tecidos dos dentes. Tomou-se também o cuidado em se manter os dentes em solução de pH 7,0 para que não ocorra ataque do tecido do dente com a acidez da solução.

Limpeza dos dentes. Os dentes foram submetidos a uma limpeza por meio da agitação com solução de Na₂-EDTA 1,0 % por um período de 12 horas. Este procedimento foi realizado para remover tecidos provenientes da extração. Em seguida a raiz do dente foi separada da coroa cortando-se o dente com um disco acoplado a um agitador manual. Para a determinação da abrasividade foram utilizadas as raízes dos dentes.

Irradiação da raiz do dente. A raiz do dente foi colocada dentro de uma cápsula de polietileno contendo água deionizada, e irradiada em um dispositivo ou “coelho” de alumínio sob fluxo de nêutrons térmicos de $10^{12} \text{ n.cm}^{-2} \text{ .s}^{-1}$ do reator nuclear IEA-R1 do IPEN-CNEN/SP, por um período de uma hora. Estas condições de irradiação foram previamente estabelecidas para que não ocorra mudança na dureza da raiz do dente, devido aos danos causados pela irradiação. Os resultados obtidos no estabelecimento destas condições experimentais de irradiação estão apresentados no item 3.3.1.

Para evitar alterações na dentina devido a elevada temperatura, o “coelho” de alumínio usado para irradiação destas amostras não foi submetido ao teste de solda, o qual é realizado mergulhando-o em glicerina aquecida a uma temperatura de aproximadamente 150 °C. Além disso, após o término da irradiação, os “coelhos” foram removidos do núcleo do reator para evitar danos à amostra com radiação gama.

Montagem da raiz irradiada para as escovações. Após decorrido o tempo de decaimento de cerca de uma semana dos radioisótopos de meia-vida curta, e principalmente do ²⁴Na presente na raiz do dente irradiada, a raiz foi implantada em uma placa de resina de metacrilato. Esta placa foi preparada com o auxílio de um molde de cobre, previamente coberto com uma fina camada de silicone para facilitar a remoção da placa pronta. Em seguida a resina foi preparada utilizando-se os materiais de acrílico autopolimerizáveis nas formas de líquido e pó, nas proporções de 1 : 3, respectivamente. Imediatamente após a homogeneização destes materiais, a resina formada foi adicionada ao molde até atingir uma espessura de cerca de 1 mm. A polimerização desta resina ocorre após um período de 20 minutos aproximadamente, quando a raiz irradiada foi colocada sobre esta fina camada e adicionado uma nova camada de resina, de maneira que a raiz sobressaísse pelo menos 2 mm da superfície da resina e que não fosse removida da placa até que se realizassem todas as operações de escovações possíveis naquele corpo de prova.

A placa pode ser montada fixando-se de uma a seis raízes de dentes irradiadas, dependendo da atividade das raízes, da eficiência do sistema de contagem e do número de golpes aplicados nas raízes. Nas condições experimentais deste trabalho, a escovação foi realizada com a placa contendo uma raiz irradiada. Na Figura 3.4 é demonstrado um esquema da raiz implantada na placa de resina de metacrilato:

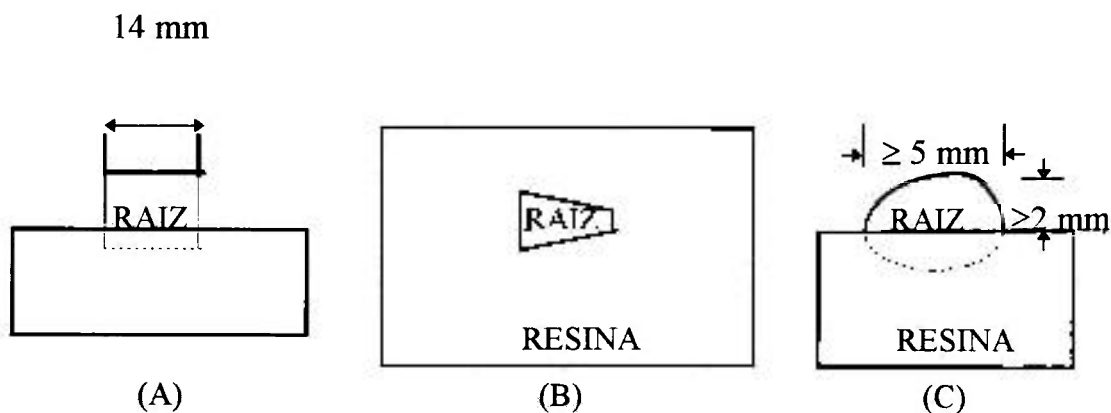


Figura 3.4 - Esquema da raiz do dente montada na placa de resina de metacrilato. (A) - vista de frente, (B) - vista de cima, (C) - vista lateral.

Escovação. Para executar as escovações, a raiz do dente montada na placa de resina foi encaixada no fundo de uma cuba de acrílico, na qual foi adicionada a suspensão do material de referência e, em seguida, realizou-se uma operação de escovação aplicando-se 6 000 golpes na dentina antes do teste de abrasão propriamente dito, para retirar a camada de cimento que envolve a dentina.

A abrasividade dos dentifícios foi avaliada determinando-se a abrasividade relativa, isto é, fazendo-se uma comparação do desgaste obtido na escovação da suspensão do dentifício com a suspensão do material de referência pirofosfato de cálcio em um mesmo corpo de prova. Para cada suspensão utilizada nas escovações foram aplicados 1 500 golpes sobre a dentina, e o peso aplicado em cada escova foi de 3,0 N. A sequência de escovação utilizada foi a seguinte: primeiro usando a suspensão do material de referência, depois a suspensão contendo o dentifício em teste e novamente com uma outra suspensão de material de referência. Após cada escovação, tanto as escovas como a placa de resina foram removidas da cuba e lavadas com água destilada para a escovação subsequente.

Quando o corpo de prova foi reutilizado em dias subsequentes, foi realizada também uma operação de escovação aplicando 1 000 golpes sobre a dentina antes do novo teste de abrasão. Um mesmo corpo de prova pôde ser reutilizado até ser submetido a um total de cerca de 30 000 golpes.

Decantação e secagem da suspensão radioativa. Após cada escovação a suspensão foi agitada manualmente na própria cuba de acrílico de maneira que não ocorresse a formação de espuma. Três alíquotas de 3 ml de cada suspensão foram pipetadas em pranchetas de acrílico, e mantidas em repouso para decantação do material sólido por três horas. Posteriormente estas alíquotas foram secas em uma estufa com circulação de ar forçada à uma temperatura de 35 °C por cerca de 16 horas, tomando-se o cuidado para se obter amostras com superfícies planas e livres de rachaduras.

Contagem. As medidas da atividade do ^{32}P , contido nas alíquotas das suspensões de dentifício e de material de referência, foram realizadas no sistema de contagem constituído de um detector cintilador plástico por um período de um minuto.

Os valores das taxas de contagens da radiação de fundo não foram considerados neste trabalho, por serem da ordem de 120 cpm, desprezíveis em relação às taxas de contagens obtidas para as amostras, da ordem de 5 000 cpm.

A fonte utilizada para verificação do funcionamento do contador foi de $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$, de meia-vida igual a 28,5 anos, com atividade de 2,53 K Bq em 1994, de fabricação IPEN.

Determinação do fator de correção. As suspensões de dentifícios em teste podem conter componentes diferentes da suspensão de material de referência, e

apresentar características diferentes de auto-absorção e de retroespalhamento da radiação β do ^{32}P , as quais podem causar erros nas medidas das taxas de contagens na determinação da abrasividade. Desta forma, foi necessário determinar um fator para correção das medidas do ^{32}P . Aliquotas idênticas de cerca de 40 a 100 μl da solução traçador de ^{32}P foram adicionadas nas suspensões de dentifrício e material de referência, para que fosse obtida cerca de 3 000 contagens por minuto (cpm) em 3 ml de suspensão. Este valor das contagens das suspensões foi obtido de modo que o desvio padrão relativo devido às contagens do ^{32}P fossem menores que 2%. Aliquotas de 3 ml de cada uma das suspensões foram pipetadas e submetidas a decantação e a secagem conforme descrito anteriormente. Tendo os valores das taxas de contagens das amostras, o fator de correção foi calculado aplicando-se a relação:

$$f = \frac{\text{média das taxas de contagens obtidas do material de referência}}{\text{média das taxas de contagens obtidas do dentifrício}} \quad (3.1)$$

Cálculo da RDA. Foi obtida a média aritmética das contagens das três amostras referentes à escovação com a suspensão de dentifrício, e a média aritmética das contagens das seis amostras referentes às escovações com as duas suspensões do material de referência. Os valores das taxas de contagens e do fator de correção obtidos foram substituídos na Equação (2.2) para o cálculo da RDA.

As contagens de uma série de experimentos foram realizadas no mesmo dia, portanto não foi necessário efetuar a correção devido ao tempo de decaimento do ^{32}P .

O desvio padrão do valor da RDA foi obtido pela propagação de erros conforme descrito no Anexo 1.

3.2 Parte experimental da avaliação da abrasividade dos dentifrícios realizada no Instituto de Saúde Oral da Universidade de Indiana

Os reagentes químicos, materiais dentários e equipamentos utilizados na Universidade de Indiana foram praticamente os mesmos usados na Supervisão de Radioquímica do IPEN, com exceção dos itens relacionados a seguir:

3.2.1 Reagente químico

- Líquido cintilador Ultima Gold fornecido pela Packard Company

3.2.2 Materiais dentários

- Acrílico auto polimerizante (pó e líquido) da marca Bosworth
- Pirofosfato de cálcio de grau dentifrício da Monsanto Co. lote ARCPP 0001G 94 JD82

3.2.3 Equipamentos utilizados

- Balança marca Mettler modelo PM 2 000 com precisão de 0,01 g acoplada a uma impressora marca Mettler modelo GA 44
- Agitador marca Fisher Scientific modelo Fisher Vortex Genie 2
- Molde para preparação de placas de resina de metacrilato com oito posições de 10 x 20 mm

- Analisador cintilador líquido da marca Packard Instrument Company modelo 1 900 TR, com fotomultiplicadora e eletrônica associada.
- Máquina de escovação modelo V - 8 fabricada pela Sabri Enterprises, que permite a escovação de oito corpos de prova ao mesmo tempo. Esta máquina consiste basicamente de um motor que permite uma rotação de 5 - 60 rpm, um contador que registra o número de golpes aplicados programável e oito tubos de plástico com capacidade para 120 ml. São utilizadas oito escovas de dentes com possibilidade de força ajustável sobre as escovas de 0,5 - 3,5 N. A Figura 3.5 apresenta a fotografia desta máquina de escovação.



Figura 3.5 - Máquina de escovação modelo V - 8 fabricada pela Sabri Enterprises.

3.2.4 Preparação da suspensão do dentifrício e do material de referência

As suspensões de dentifrício e material de referência foram preparadas nos próprios tubos de plástico utilizados para escovação, conforme o procedimento descrito no item 3.1.7.

A solução diluente utilizada na preparação da suspensão de material de referência foi obtida como descrito no item 3.1.6.

3.2.5 Procedimento utilizado na Universidade de Indiana para avaliação do índice de abrasividade dos dentifrícios

O procedimento utilizado na Universidade de Indiana foi praticamente o mesmo estabelecido na Supervisão de Radiquímica do IPEN. Como poderá ser visto, as únicas diferenças foram referentes a máquina de escovação utilizada, tempo de irradiação das raízes dos dentes e uso do fator de correção das taxas de contagens devido a diferença de densidade das suspensões. Como na Universidade de Indiana foi utilizado um cintilador líquido, não foi realizado o cálculo devido ao retroespalhamento e auto-absorção de radiação beta, porém foram utilizadas correções devido às diferenças entre as densidades das suspensões de dentifrício e material de referência.

Irradiação das raízes dos dentes. Foram irradiadas trinta raízes de dentes humanos incisivos, permanentes, limpos e livre de cáries em um “coelho” de alumínio contendo água deionizada, sob fluxo de nêutrons térmicos de $6,5 \cdot 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ por um período de 7,5 horas no reator nuclear da Universidade de Missouri - Columbia, EUA. Após a irradiação, esperou-se por cerca de um mês para se manusear estes dentes e efetuar os testes de abrasividade.

Montagem das raízes irradiadas para as escovações. Oito raízes de dentes irradiadas foram montadas cada uma em uma placa de resina de metacrilato preparada com os materiais acrílicos autopolimerizáveis como descrito no procedimento realizado no IPEN. As oito raízes foram escovadas simultaneamente, na máquina de escovação modelo V-8.

Escovação. Para executar as escovações, as oito placas de resina com as raízes montadas foram fixas na máquina de escovação, e a força aplicada sobre cada uma das oito escovas foi ajustada para 1,5 N e a escovação para 60 rpm.

Antes de realizar o teste de escovação propriamente dito, também foi executada uma escovação para retirar a camada de cimento que envolve a dentina com a suspensão de material de referência pirofosfato de cálcio, aplicando-se 6 000 golpes nas raízes. As escovações foram realizadas como descrito no procedimento realizado no IPEN. Após cada escovação, tanto as escovas como as placas de resina foram lavadas na própria máquina, com o auxílio de uma pisseta contendo água destilada para a escovação subsequente. As raízes foram reutilizadas para novas escovações até serem submetidas num total de cerca de 100 000 golpes aplicados.

Contagem. Realizadas as escovações, 1 ml de cada uma das suspensões de dentifício e material de referência foram pipetados em frascos apropriados para contagem, bem como foram realizadas as medidas das massas destas alíquotas pipetadas. Posteriormente, foram adicionados em cada um dos frascos contendo as suspensões, 6 ml de líquido cintilador Ultima Gold, e a mistura formada foi homogeneizada no agitador modelo Vortex. O tempo de medida de cada amostra foi de um minuto no sistema de contagem constituído de um detector cintilador líquido.

Cálculo da RDA. Foram realizadas correções devido às diferenças das densidades das suspensões do dentifrício e do material de referência pipetadas para as medidas da atividade. Esta correção foi feita dividindo-se os valores das taxas de contagens das suspensões pelas suas respectivas massas, para evitar distorções nos resultados devido a diferença entre as massas de materiais analisados. Os valores de RDA são obtidos aplicando-se a seguinte relação:

$$RDA = \frac{T_{SD} \cdot 100}{\bar{T}_{SMR}} \quad (3.1)$$

onde: RDA - “radioactive dentin abrasion” ou índice de abrasividade provocada na dentina.

T_{SD} - taxa de contagens de ^{32}P por unidade de massa obtida da suspensão de dentifrício.

\bar{T}_{SMR} - média das taxas de contagens de ^{32}P por unidade de massa obtida das suspensões de material de referência.

O número 100 da equação (3.1) refere-se ao valor de RDA adotado para o material de referência pirofosfato de cálcio na determinação da abrasividade provocada na dentina conforme a ADA (BARBAKOW e col., 1989).

O tratamento estatístico aplicado para o cálculo do desvio padrão da RDA nos resultados obtidos na Universidade de Indiana foi o mesmo aplicado para os resultados obtidos no IPEN, conforme descrito no Anexo 1.

O esquema do método radiométrico estabelecido para a avaliação da abrasividade é apresentado na Figura 3.6.

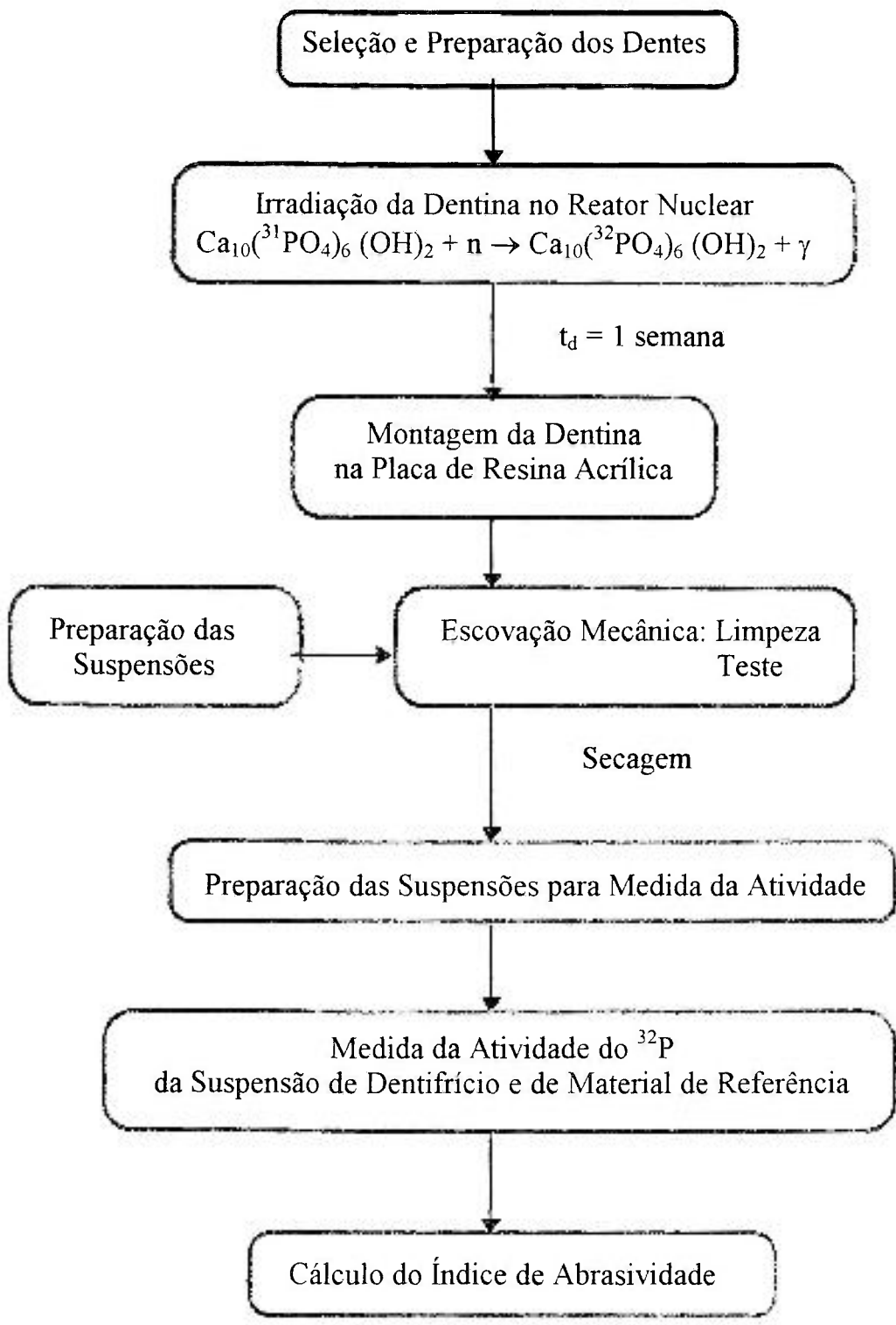


Figura 3.6 - Esquema do método radiométrico para avaliação da abrasividade.

3.3 Resultados dos ensaios preliminares realizados para o estabelecimento das condições experimentais

3.3.1 Estabelecimento das condições para irradiação das raízes dos dentes no reator nuclear

As condições para irradiação das raízes dos dentes no reator nuclear foram examinadas para evitar danos causados por esta operação que alterem a dureza da dentina. Para isto amostras de dentes foram selecionadas e cortadas, separando-se a coroa da raiz do dente, e em seguida as raízes foram escovadas com uma suspensão de material de referência pirofosfato de cálcio lote ARCPP aplicando-se 12 000 golpes. Após esta escovação, as medidas da dureza destas amostras de dentina foram realizadas pela Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto (FORP)-USP, utilizando-se um consistômetro de Hoppler e aplicando uma carga de 3 Kg por 2 minutos. Estas amostras de dentina foram irradiadas no reator nuclear IEA-R1, sob fluxo de nêutros térmicos de $10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ para três diferentes tempos de irradiação de 1; 1,5 e 3 horas. Decorrido o tempo solicitado para irradiação, as amostras foram removidas do núcleo do reator para evitar danos causados pela radiação gama. Além disto, os “coelhos” contendo as amostras de dentina não foram submetidos ao teste de solda, mergulhando-o na glicerina aquecida, evitando alterações na dentina devido a temperatura elevada.

A Tabela 3.2 apresenta as médias e os desvios padrões dos resultados de dureza obtidos pela FORP, para as diferentes condições de irradiação adotadas.

Tabela 3.2 - Valores da dureza das amostras de dentina antes e após a irradiação no reator nuclear, obtidos pelo consistômetro de Hoppler.

Valor médio obtido para dureza da dentina medida antes da irradiação: $2\ 219 \pm 688$ ($n = 20$).

Tempo de Irradiação (horas)	Dureza Depois da Irradiação	n
1	$1\ 913 \pm 689$	20
1,5	$1\ 039 \pm 270$	20
3	-----	-----

n - Número de medidas

Os resultados obtidos irradiando-se as amostras durante uma hora e sob o fluxo de nêutrons térmicos de 10^{12} n cm^{-2} s^{-1} mostraram que não há alterações significativas na dureza da dentina com a irradiação que possam causar variação no cálculo da abrasividade.

Após a irradiação das amostras por 1,5 horas verificou-se a ocorrência de alterações na dureza da dentina, sendo que estas alterações podem reduzir a resistência da dentina aos abrasivos dos dentifrícios, segundo DAVIS (1979).

As dentinas irradiadas por um período de 3 horas sofreram fratura e desta forma não foi possível realizar as medidas de dureza.

3.3.2 Verificação da presença de radioisótopos interferentes na medida da atividade de ^{32}P

Para verificar a presença de radioisótopos formados na irradiação do dente que possam interferir nas contagens do ^{32}P , foi feita a análise por espectrometria de raios gama de alíquotas secas obtidas com 3 ml das suspensões do material de referência pirofosfato de cálcio RCPP, resultantes de duas escovações realizadas aplicando-se 6 000 golpes nas dentinas irradiadas por uma hora, bem como a análise de uma amostra contendo 50 μl de solução traçador de ^{32}P , obtida com a dissolução da dentina irradiada por oito horas. As contagens foram realizadas 9 dias após a irradiação das amostras de dentina no reator nuclear.

O sistema utilizado para espectrometria de raios gama foi composto de um detector de Ge hiperpuro modelo GEM 20190 da EG & G ORTEC, acoplado a um microcomputador munido de um cartão ACE8K e a um sistema eletrônico associado. A resolução do sistema utilizado (FWHM) foi de 1,90 KeV para o fotopico de 1331,95 KeV do ^{60}Co . A aquisição dos dados foi feita utilizando o programa MAESTRO II da EG & G ORTEC, e a análise dos espectros gama foi feita usando o programa VISPECT2, que nos forneceu as energias dos raios gama e as taxas de contagens. O tempo de contagem das amostras foi de 80 minutos.

A Tabela 3.3 apresenta os radioisótopos de ^{47}Ca , ^{24}Na e ^{40}K , identificados nas amostras secas das suspensões S1 e S2 de pirofosfato de cálcio RCPP, e na solução traçador de ^{32}P , com suas respectivas taxas de contagens em cps (contagens por segundo), e as energias dos raios gama em keV. Nesta Tabela 3.3 são também apresentados os valores das taxas de contagens obtidas para radiação de fundo ou “background” (Bg), cuja contagem foi realizada por um período de onze horas.

Tabela 3.3 - Valores das taxas de contagens obtidas por espectrometria gama.

Radioisótopo Medido	Energia (keV)	Solução Traçador (cps)	S1 (cps)	S2 (cps)	Bg (cps)
^{47}Ca	159,4	0,228	0,035	0,062	0,004
^{24}Na	1 368,9	0,004	0,002	0,005	0,008
^{40}K	1 460,9	0,073	0,063	0,052	0,070

Nos espectros dos raios gama das contagens das amostras foram identificados os radioisótopos ^{47}Ca , ^{24}Na e ^{40}K com taxas de contagens bastante baixas, indicando que não há possibilidade destes radioisótopos interferirem nas medidas do ^{32}P .

Para confirmar a ausência de radioisótopos que podem interferir nas medidas do ^{32}P , foram também realizadas medidas da atividade beta de uma alíquota seca de 3 ml da suspensão do material de referência pirofosfato de cálcio RCPP, obtida após a escovação aplicando-se 6 000 golpes na dentina irradiada por uma hora. As medidas da atividade do ^{32}P foram realizadas no sistema de contagem que utiliza o detector cintilador plástico.

Na Figura 3.7 estão apresentadas as contagens em cpm da alíquota seca da suspensão de material de referência, obtidas em diferentes tempos de decaimento para determinação da meia-vida do radioisótopo medido.

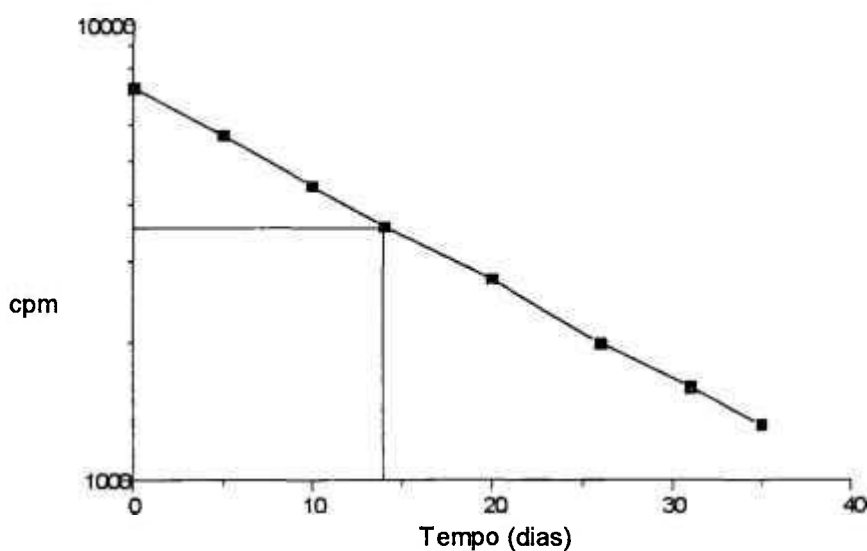


Figura 3.7 - Valores das taxas de contagens da suspensão de material de referência em função do tempo de decaimento.

A meia-vida do ^{32}P também foi obtida segundo KELLER (1988), utilizando a relação:

$$\log A = \log A_0 - \frac{0,3010t}{t_{1/2}} \quad (3.4)$$

onde: A - taxa de contagens do radioisótopo

A_0 - taxa de contagens no tempo zero ou tempo inicial de contagem

t - tempo de decaimento

$t_{1/2}$ - meia-vida do radioisótopo

A meia vida obtida por meio da Figura 3.7, bem como aplicando a relação (3.4), foi de 13,9 dias. Comparando estes resultados com a meia-vida tabelada do ^{32}P , que é de 14,3 dias, conclui-se que as medidas das suspensões submetidas a escovação se referem a medida do ^{32}P , ou seja não há interferência de outros radioisótopos.

3.3.3 Verificação da necessidade do uso do fator de correção f na determinação da RDA

Foram adicionados 40 μl de solução traçador nas suspensões de dentifrício e de material de referência, e após a sua homogenização foram retiradas alíquotas de 1, 2 e 3 ml de cada suspensão para decantação e posterior secagem na estufa. As medidas da atividade do ^{32}P foram feitas no sistema de contagem que utiliza o detector cintilador plástico.

A Tabela 3.4 apresenta os resultados das taxas de contagens em cpm (contagens por minuto) após a secagem das alíquotas de algumas suspensões de dentifrício e de material de referência estudados neste trabalho.

Tabela 3.4 - Taxa de contagens das alíquotas secas das suspensões de dentifrício e de material de referência.

Amostras	1 ml (cpm)	2 ml (cpm)	3 ml (cpm)
Dentifrício A	1 952±44	3 672±61	4 993±71
Dentifrício B	2 131±46	4 449±67	6 548±81
Dentifrício C	2 363±49	4 074±64	5 461±74
Dentifrício D	2 037±45	3 388±58	5 222±72
Pirofosfato de Cálcio ARCPP	1 170±34	2 294±48	3 310±58
Carbonato de Cálcio	1 235±35	2 234±47	3 055±55

Os resultados da Tabela 3.4 mostram que as contagens referentes aos dentifrícios e aos materiais de referência estudados não aumentaram proporcionalmente com o volume das alíquotas pipetados, com exceção do dentifrício B, indicando que a espessura das alíquotas secas estão interferindo nas medidas do ^{32}P .

Estes resultados também mostram que os valores das taxas de contagens obtidas para o mesmo volume das suspensões de dentifrícios e de materiais de referência também apresentam diferenças. Uma vez que foi utilizada a mesma quantidade de traçador na preparação das suspensões, as suas taxas de contagens deveriam ser bastante próximas, considerando os erros experimentais de medida. Entretanto esta discrepância ocorre devido às diferenças de auto-absorção e

retroespalhamento de radiação beta entre as amostras que apresentam composições diferentes. Portanto estes resultados enfatizam a necessidade de se utilizar o fator de correção f nas determinações da abrasividade dos dentífricos, quando se utiliza o detector cintilador plástico.

3.3.4 Influência da força aplicada sobre as escovas dentais no desgaste da dentina e no valor da RDA

Para verificar a relação entre a força aplicada sobre as escovas e o desgaste da dentina, foram realizadas escovações para duas amostras de dentífricos, utilizando-se uma placa de resina acrílica com 4 raízes de dentes implantadas e aplicando-se 3 000 golpes para cada suspensão. O material de referência utilizado foi o pirofosfato de cálcio RCPP. As forças aplicadas sobre as escovas dentais foram de 1, 3 e 6 N, sendo que as escovações foram realizadas primeiro com a suspensão do material de referência seguida das escovações com as suspensões dos dentífricos. As alíquotas secas das suspensões escovadas foram contadas por um período de 5 minutos.

O sistema de contagem utilizado foi composto de um detector Geiger Müller, modelo 994 da EG & G ORTEC, com eficiência de 9%. Ao detector foi acoplado um sistema eletrônico composto de fonte de alta tensão, amplificador, analisador monocanal, medidor de tempo de contagem e contador.

Na Tabela 3.5 estão apresentados os resultados das médias das taxas de contagens, em cpm, das três alíquotas secas das suspensões de material de referência e dos dentífricos E e F obtidos em função da força aplicada sobre as escovas durante a escovação.

Na Tabela 3.6 estão apresentados os valores de RDA para os dentífricos analisados em função da força aplicada sobre as escovas durante a escovação.

Os resultados dos fatores de correção f obtidos utilizando o material de referência pirofosfato de cálcio RCPP e os dentifrícios E e F foram $1,01 \pm 0,06$ e $1,13 \pm 0,08$ respectivamente.

Tabela 3.5 - Taxas de contagens das alíquotas secas de material de referência e dos dentifrícios E e F em função da força aplicada.

Força Aplicada (N)	Material de Referência (cpm)	Dentifricio E (lote 1)	Dentifricio F
1	338 ± 5	78 ± 3	238 ± 7
3	$1\ 095 \pm 21$	272 ± 10	685 ± 11
6	$2\ 240 \pm 63$	543 ± 13	$1\ 300 \pm 27$

Tabela 3.6 - RDA em função da força aplicada.

Dentifricio	RDA		
	1 N	3 N	6 N
E (lote 1)	$23,3 \pm 1,7$	$25,1 \pm 1,8$	$24,5 \pm 1,7$
F	$79,6 \pm 6,2$	$70,7 \pm 5,3$	$75,7 \pm 5,9$

Os resultados da Tabela 3.5 mostram que aumentando-se a força aplicada sobre as escovas dentais, há um aumento proporcional nas contagens das alíquotas das suspensões de dentifricio e material de referência, indicando que o desgaste na dentina aumenta proporcionalmente com a pressão aplicada sobre as escovas. Estes

resultados estão de acordo com as afirmações apresentadas por STOOKEY e MUHLER (1967), que mencionam que a força aplicada sobre a escova dental durante a escovação da dentina é proporcional a quantidade de dentina desgastada.

Consequentemente, a força aplicada sobre as escovas não influi nos valores de RDA, desde que sejam utilizadas as mesmas condições experimentais para as suspensões de dentifrício e de material de referência. Os resultados da Tabela 3.6 mostram que não há alteração significativa nos valores de RDA com a variação da força aplicada sobre as escovas. Entretanto, não convém aumentar demasiadamente a força aplicada sobre as escovas, uma vez que aumentando-se o desgaste da dentina no decorrer das escovações, diminui-se o número de determinações da RDA que podem ser realizadas em um mesmo corpo de prova.

3.3.5 Comportamento da dentina irradiada quando submetida às escovações

Este estudo foi realizado uma vez que na determinação de um valor de RDA, as escovações com as suspensões de dentifrício e material de referência devem ser realizadas com as superfícies da dentina apresentando o mesmo comportamento no que se refere ao seu desgaste.

Para se verificar este comportamento da dentina irradiada quando submetida às escovações, foram implantadas quatro raízes de dentes irradiadas em uma placa de resina acrílica e efetuadas as escovações com as suspensões do material de referência pirofosfato de cálcio RCPP.

As alíquotas secas do material de referência submetidas à escovação foram medidas por cinco minutos no sistema de contagem composto de um detector Geiger Müller.

Na Figura 3.8 são apresentados os valores das taxas de contagens obtidos das suspensões secas de material de referência em função do aumento do número de golpes aplicados na dentina. Os desvios padrão apresentados nesta figura são referentes às médias obtidas de três suspensões secas submetidas à escovação.

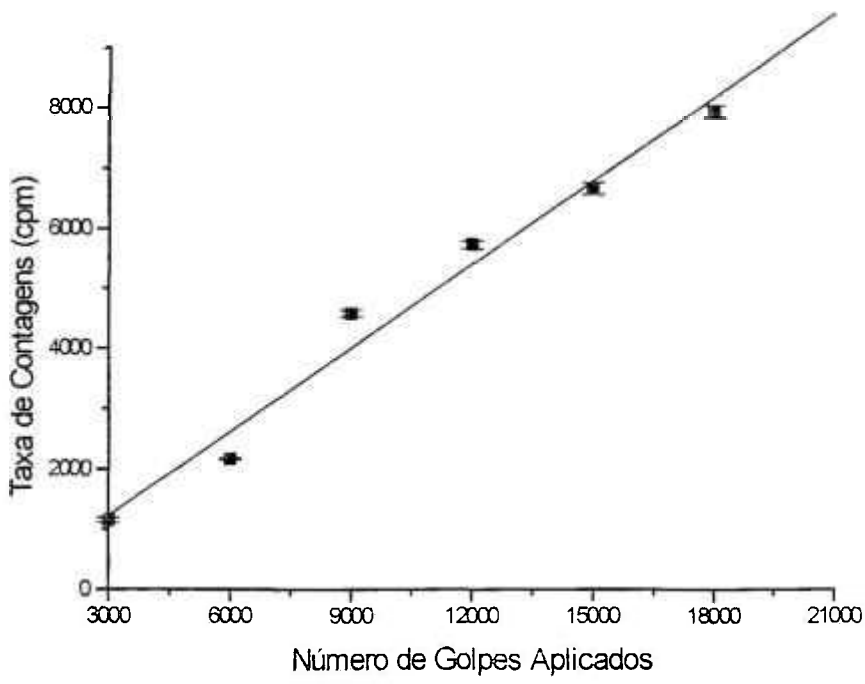


Figura 3.8 - Taxa de contagens em cpm em função do número de golpes aplicados.

Na Figura 3.8 pode-se observar que as taxas de contagens aumentam proporcionalmente com o número de golpes aplicados, indicando que a superfície da dentina submetida ao desgaste apresentou o mesmo comportamento com o número de golpes aplicados.

3.3.6 Medida do pH das suspensões após a adição da solução traçador

O pH das suspensões de dentifrício e de material de referência podem ser alterados com a adição da solução traçador de ^{32}P , obtida em meio ácido, sendo que a adição desta solução às suspensões de dentifrício e de material de referência pode acarretar a diminuição do seu pH e da sua dissolução. Desta maneira, quando as alíquotas das suspensões são submetidas à decantação, poderia se modificar a ordem da deposição do conteúdo da pasta ou do material de referência e do ^{32}P , alterando a geometria destas amostras para contagens.

Para verificar se há variação do pH das suspensões, foram adicionados 100 μl de solução traçador de ^{32}P em cada uma das suspensões de dentifrício e material de referência e estas foram submetidas a agitação. Na Tabela 3.7 são apresentados os resultados das medidas de pH realizadas antes e depois da adição da solução traçador, os quais indicam que não há alterações significativas do pH das suspensões avaliadas com a adição de 100 μl da solução traçador.

Tabela 3.7 - Medida de pH das suspensões antes e depois da adição da solução traçador.

Suspensão Analisada	pH	
	Antes da Adição da Solução Traçador	Depois da Adição da Solução Traçador
Dentifrício A	6,93	6,76
Dentifrício B	8,97	8,84
Dentifrício C (lote 1)	6,77	6,43
Dentifrício C (lote 2)	7,23	6,81
Dentifrício D	8,59	8,58
Dentifrício E (lote 1)	9,35	9,28
Pirofosfato de Cálcio RCPP	6,53	6,17
Pirofosfato de Cálcio ARCPP	6,07	5,70
Carbonato de Cálcio	9,99	9,56

3.3.7 Determinação da RDA utilizando-se os detectores Geiger Müller e cintilador plástico

As medidas das taxas de contagens das suspensões de dentifrício e de material de referência, na fase inicial deste trabalho, foram realizadas no detector Geiger Müller. Entretanto, devido a baixa eficiência de 9% deste detector, foi resolvido utilizar o detector cintilador plástico, com 30% de eficiência, cedido pela Supervisão de Física de Reatores do IPEN.

A fim de verificar se a troca de sistema de contagem poderia alterar os valores de RDA, as contagens das suspensões de dentifrício e material de referência submetidas à escovação foram obtidas utilizando-se os detectores Geiger Müller e cintilador plástico por 5 minutos e 1 minuto, respectivamente.

A Tabela 3.8 apresenta os valores de RDA para os dentifrícios analisados, C (lote 1) e E (lote 1). O carbonato de cálcio e o pirofosfato de cálcio foram utilizados como materiais de referência neste experimento.

Tabela 3.8 - Valores de RDA obtidos utilizando os detectores Geiger Müller e cintilador plástico.

Dentifrício	RDA	RDA
	(Detector Cintilador Plástico)	(Detector Geiger Müller)
C (lote 1)	19,1±1,0; (30,8±1,6) *	20,9±0,8; (31,1±1,9) *
E (lote 1)	20,0±2,6; 16,5±0,7; 17,0±1,3	20,8±2,9; 17,6±1,6; 17,9±1,7

*Valor de RDA obtido utilizando-se o pirofosfato de cálcio como material de referência

Os valores de RDA apresentados na Tabela 3.8, obtidos utilizando-se os dois detectores são bastante próximos para os dois dentifrícios avaliados. Face a esses resultados foi resolvido se utilizar o detector cintilador plástico devido à sua eficiência, que permite a contagem das amostras por um tempo menor.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste Capítulo são apresentados e discutidos os resultados dos índices de abrasividade (RDA) obtidos nos laboratórios do IPEN e do Instituto de Saúde Oral da Universidade de Indiana (UI), para quatro amostras de dentifrícios, bem como a classificação destes dentifrícios com relação ao seu potencial de limpeza. A igualdade entre os resultados de RDA obtidos no IPEN e na UI é verificada pela comparação das médias empregando-se o critério t de Student (MILLER e MILLER, 1988).

A seguir, são apresentados os resultados dos estudos realizados para dois lotes diferentes de pirofosfato de cálcio utilizados como material de referência para determinação da abrasividade dos dentifrícios no IPEN e na UI. Estes estudos consistiram na determinação da abrasividade realizada pelo método radiométrico, análise da distribuição do tamanho de suas partículas e da forma das partículas pela microscopia eletrônica de varredura.

São também apresentados e discutidos os resultados da abrasividade dos dentifrícios utilizando como material de referência carbonato de cálcio precipitado, em comparação com os resultados obtidos para o mesmo lote de dentifrícios utilizando como material de referência o pirofosfato de cálcio.

Em seguida, são discutidos os resultados dos índices de abrasividade, da análise da distribuição do tamanho e da morfologia das partículas para o pirofosfato de cálcio e carbonato de cálcio precipitado, ambos utilizados como materiais de referência.

São apresentados também os resultados da abrasividade de lotes diferentes de cremes dentais da mesma marca.

4.1 Resultados da abrasividade dos dentifrícios obtidos no IPEN e na UI

Neste ítem estão apresentados os resultados da abrasividade dos dentifrícios das marcas A, B, C e D, obtidos no IPEN e na UI. As amostras de dentifrícios avaliadas no IPEN foram do mesmo número de lote e marca daquelas avaliadas na UI, entretanto, o material de referência pirofosfato de cálcio de grau dentifrício da Monsanto Co. utilizado nestes dois laboratórios foram de lotes diferentes.

A Tabela 4.1 mostra as médias com os seus respectivos desvios padrões dos resultados de abrasividade (RDA) dos dentifrícios obtidos nos dois laboratórios. Os valores individuais das determinações da abrasividade dos dentifrícios são apresentados no Apêndice 1. A Tabela 4.1 também apresenta a classificação dos dentifrícios analisados com relação ao seu potencial de limpeza, baseando-se no trabalho de BARBAKOW e col, 1987c.

Tabela 4.1 - Média dos valores de RDA dos dentifrícios obtidos no IPEN e na UI

Dentifrício (forma)	RDA (IPEN)*	RDA (UI)**	Potencial de Limpeza
A (gel)	72 ± 3 (n = 8)	76 ± 14 (n = 8)	Médio
B (creme)	89 ± 6 (n = 11)	95 ± 12 (n = 8)	Médio
C (gel - lote 2)	39 ± 4 (n = 11)	43 ± 16 (n = 8)	Baixo
D (creme)	59 ± 5 (n = 8)	52 ± 9 (n = 8)	Médio

n = número de determinações; * RDA obtido utilizando-se como material de referência o pirofosfato de cálcio lote RCPP; ** RDA obtido utilizando-se como material de referência o pirofosfato de cálcio lote ARCPP.

A igualdade entre as médias dos resultados de RDA obtidos no IPEN e na UI, para todos os dentifrícios analisados, foi verificada empregando-se o critério t de Student (MILLER e MILLER, 1988), ao nível de significância 0,05, mostrando que

as diferenças nos procedimentos dos dois laboratórios apresentadas no Capítulo 3, tais como equipamento de medida do ^{32}P utilizado, rotação da máquina de escovação, peso aplicado sobre as escovas e condições de irradiação não interferiram significativamente nos resultados de RDA. Por meio da análise das variâncias dos resultados aplicando-se o teste estatístico F, com nível de significância 0,05, (MILLER e MILLER, 1988), verificou-se que para os dentifrícios A, B e C, as variâncias dos resultados diferem, indicando que a precisão dos resultados obtida entre estes laboratórios foi diferente, podendo-se ainda observar que os resultados obtidos no IPEN foram mais precisos que aqueles obtidos na UI. Os resultados obtidos no IPEN apresentaram desvios padrões relativos variando de 4,2 a 10,3%, e de 12,6 a 18,5% para os resultados obtidos na UI. O resultado do desvio padrão relativo obtido para o dentifrício C, na UI, foi de 37,2%, isto ocorreu provavelmente devido a uma contaminação no tubo utilizado para a escovação, que não foi submetido a um processo rigoroso de descontaminação. Esta diferença na precisão dos dois laboratórios também pode ter ocorrido devido a sedimentação das suspensões de dentifrício e material de referência durante as contagens no detector cintilador líquido utilizado na UI.

Analisando os dentifrícios com relação ao potencial de limpeza, os produtos A, B e D são de potencial de limpeza médio, e para o dentifrício C, potencial de limpeza baixo. Tanto os resultados de RDA para os dentifrícios obtidos no IPEN como na UI apresentaram a mesma classificação de potencial de limpeza.

Visto que foram utilizados lotes diferentes de pirofosfato de cálcio no IPEN e na UI para determinação da abrasividade dos dentifrícios, foi avaliada a abrasividade do pirofosfato de cálcio RCPP em relação ao do lote ARCPP pelo método radiométrico, bem como foi determinada a distribuição do diâmetro médio das partículas dos dois materiais de referência pelo método da sedimentação e a morfologia das partículas dos dois pós pela microscopia eletrônica de varredura.

4.2 Determinação da abrasividade do pirofosfato de cálcio RCPP pelo método radiométrico

A determinação da abrasividade do pirofosfato de cálcio lote RCPP foi realizada na UI, como descrito no item 3.2. O material de referência utilizado foi o pirofosfato de cálcio lote ARCPP, utilizado pela ADA, o qual foi considerado como tendo RDA igual a 100.

A Tabela 4.2 apresenta a média e o desvio padrão dos valores de RDA obtidos para o pirofosfato de cálcio lote RCPP. Os valores individuais de RDA para esta determinação estão apresentados no Apêndice 2.

Tabela 4.2 - Determinação da RDA para o pirofosfato de cálcio lote RCPP

RDA (lote ARCPP)	RDA (lote RCPP)
100	129 ± 9 (n = 16)

n = número de determinações.

A abrasividade obtida para o pirofosfato de cálcio lote RCPP foi aproximadamente 30% maior que o valor adotado para o lote ARCPP, indicando uma diferença na abrasividade entre os dois lotes de pirofosfato de cálcio. Desta forma, foram realizadas as análises do tamanho das partículas pelo método da sedimentação e análise da forma das partículas pela microscopia eletrônica de varredura.

4.3 Análise da distribuição do tamanho das partículas de pirofosfato de cálcio

As medidas da distribuição do tamanho das partículas dos dois lotes de pirofosfato de cálcio ARCPP e RCPP foram realizadas no Departamento de

Metalurgia e Materiais Cerâmicos do IPEN, utilizando-se o equipamento da marca CILAS modelo 1064 para análise da granulometria de pós, de 0,1 a 500 μm . O princípio do método consiste basicamente da passagem de luz de raios laser através de um recipiente contendo a amostra em suspensão em um líquido apropriado, no caso do pirofosfato de cálcio, a água. Com a sedimentação das partículas em suspensão, a luz difratada após sua passagem pela solução atinge um equipamento eletrônico que realiza as medidas. Estas medidas são processadas em um computador PC da IBM, utilizando um programa de computação apropriado, que fornece os resultados na forma de gráficos, apresentando o tamanho das partículas em μm , em função da porcentagem em peso das partículas da amostra. Uma segunda curva é apresentada mostrando valores acumulativos obtidos do tamanho das partículas.

As Figuras 4.1 e 4.2 mostram a distribuição do tamanho das partículas de pirofosfato de cálcio lote RCPP utilizado no IPEN, e lote ARCPP utilizado na UI. Os resultados numéricos obtidos para estas determinações estão apresentados nos Apêndices 3 e 4, respectivamente.

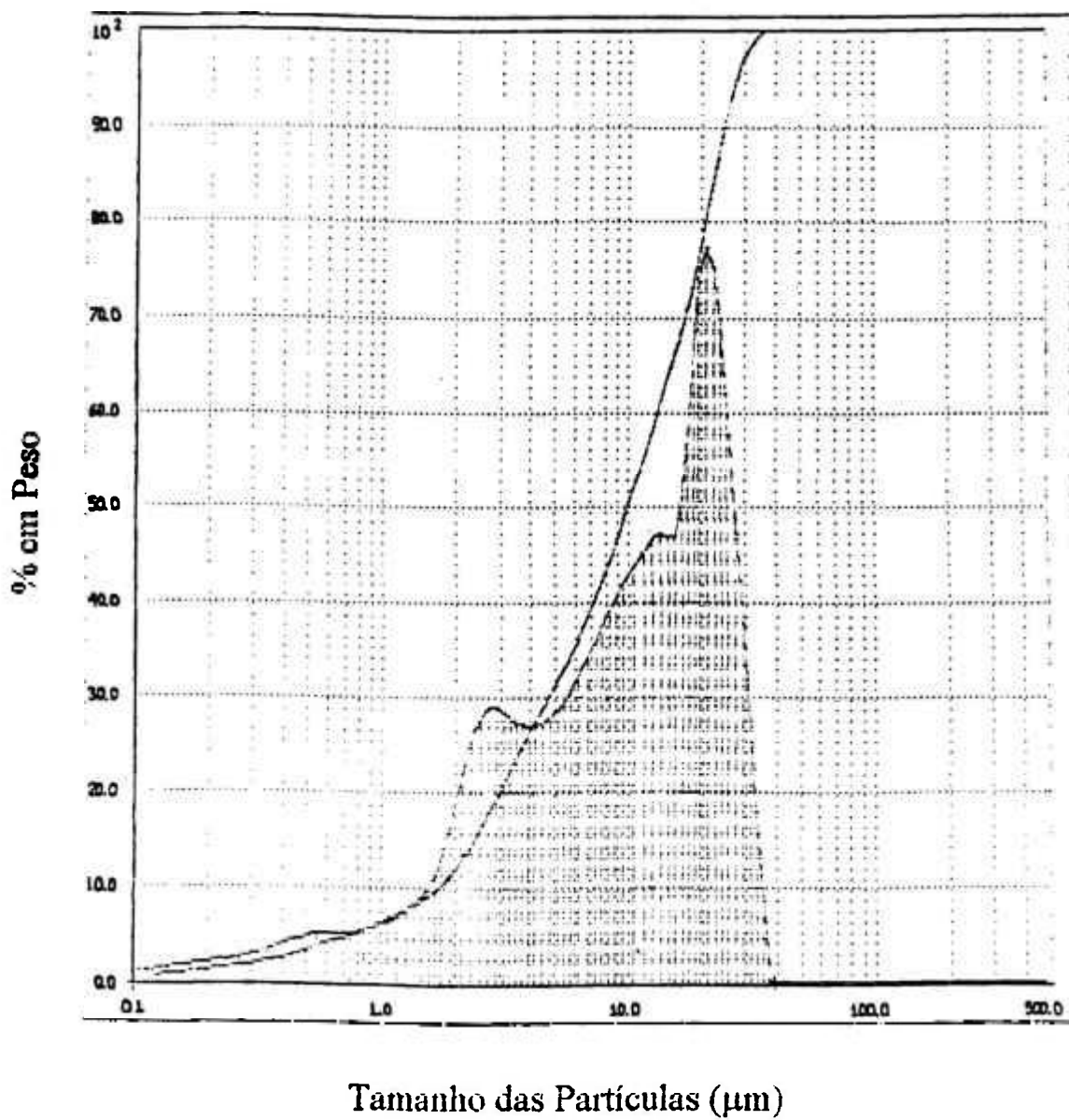


Figura 4.1 - Distribuição do tamanho das partículas de pirofosfato de cálcio RCPP

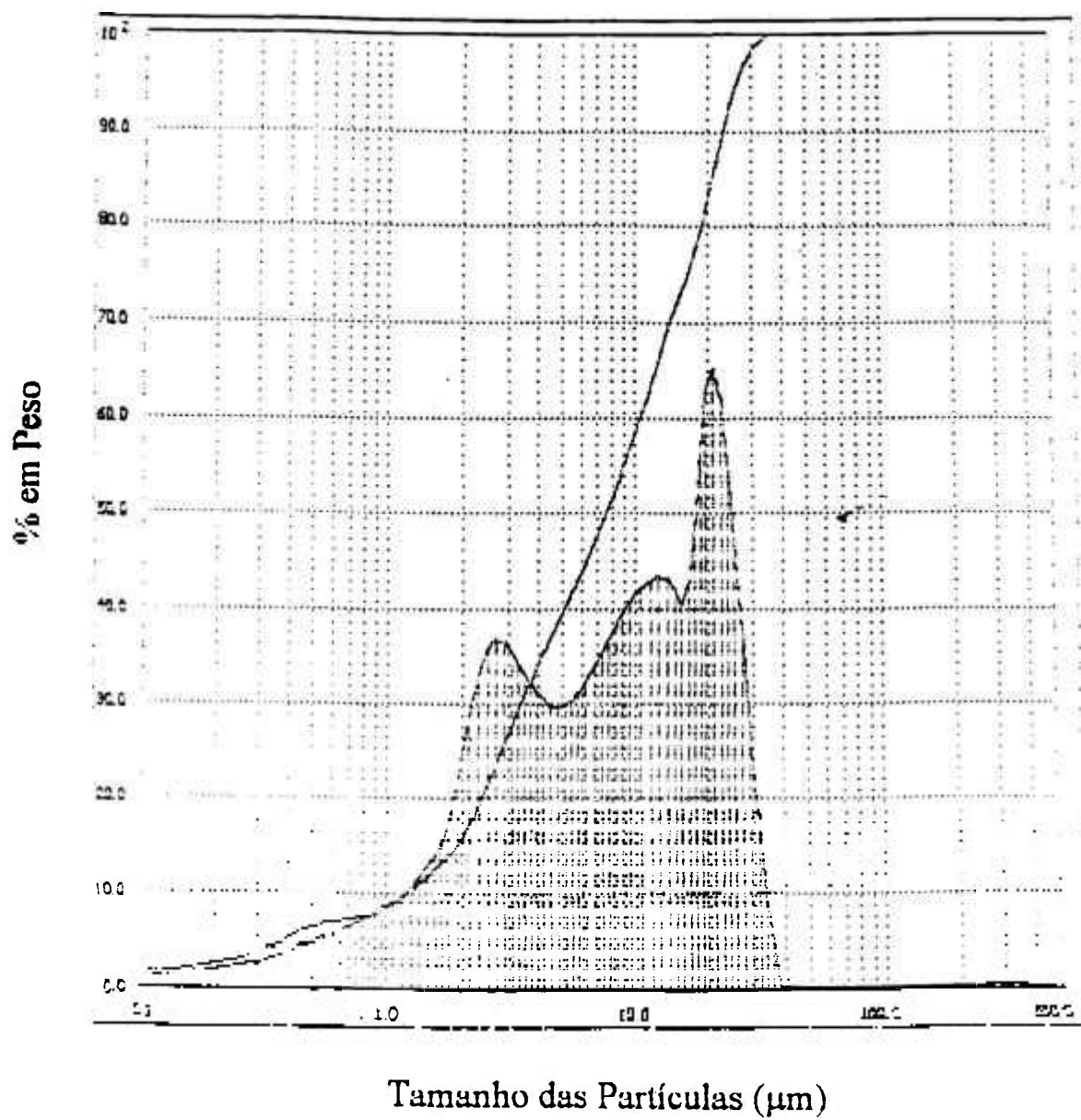


Figura 4.2 - Distribuição do tamanho das partículas de pirofosfato de cálcio ARCPP

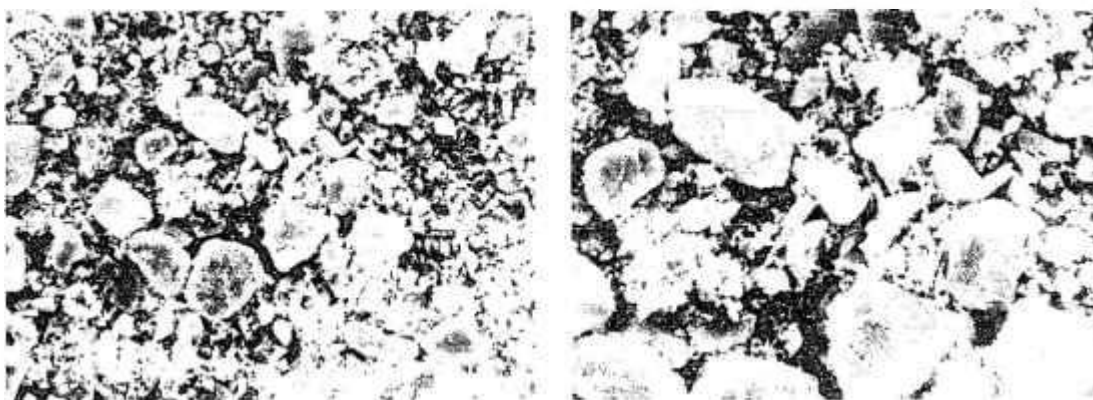
Os resultados do tamanho médio das partículas obtidos para o pirofosfato de cálcio RCPP e para o pirofosfato de cálcio ARCPP foram de $9,87 \mu\text{m}$ e $7,56 \mu\text{m}$, respectivamente, portanto bastante próximos.

Nas Figuras 4.1 e 4.2 também podem ser observados quatro picos que estão localizados na mesma região que determina os valores de tamanho de partículas, porém estes picos diferem na porcentagem em peso das partículas para os dois lotes estudados.

4.4 Morfologia das partículas de pirofosfato de cálcio

A análise da forma das partículas dos dois lotes de pirofosfato de cálcio utilizados, foi realizada com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura, no Departamento de Física Geral do Instituto de Física da USP. As amostras foram preparadas utilizando-se o processo de metalização com ouro denominado de “sputtering”.

As Figuras 4.3 (a) e (b) ilustram imagens da amostra de pirofosfato de cálcio lote RCPP, e as Figuras 4.4 (a) e (b) ilustram a amostra de pirofosfato de cálcio lote ARCPP.



(a)

(b)

Figura 4.3 - Imagem da amostra de pirofosfato de cálcio lote RCPP.

Aumento: (a) 600 X e (b) 1 200 X.

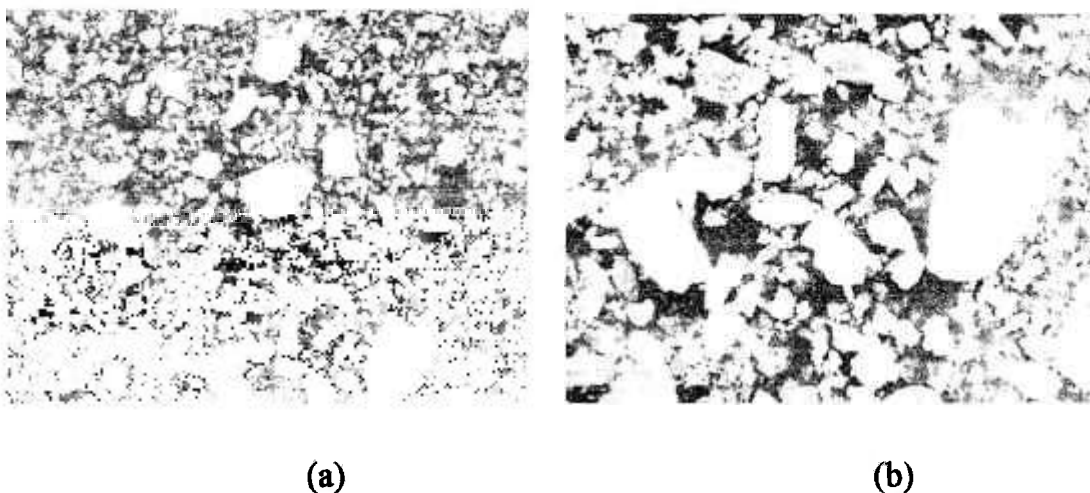


Figura 4.4 - Imagem da amostra de pirofosfato de cálcio lote ARCPP. Aumento: (a) 600 X e (b) 1 200X.

Os cristais de pirofosfato de cálcio lote RCPP, ilustrados nas Figuras 4.3 (a) e (b), apresentam formas bastante irregulares, de superfícies lisas e arestas bem definidas.

Os cristais de pirofosfato de cálcio lote ARCPP, mostrados nas Figuras 4.4 (a) e (b), apresentam formas muito semelhantes as dos cristais de pirofosfato de cálcio lote RCPP. Entretanto na Figura 4.4 (b) pode-se observar aglomerados de partículas com superfícies lisas e alongadas.

4.5 Determinação da abrasividade dos dentifrícios utilizando como material de referência o carbonato de cálcio precipitado

O carbonato de cálcio precipitado (Rhone-Poulenc) foi estudado neste trabalho com o objetivo de utilizá-lo como material de referência nas determinações da abrasividade dos dentifrícios, por ser o material abrasivo mais utilizado na fabricação de pastas dentais no Brasil. Desta forma foi realizado um estudo comparativo da abrasividade dos dentifrícios obtida com os materiais de referência pirofosfato de cálcio RCPP e carbonato de cálcio precipitado.

A Tabela 4.3 apresenta as médias e os desvios padrões dos resultados da abrasividade dos dentífricos obtidos no IPEN, utilizando o pirofosfato de cálcio RCPP (apresentados no item 4.1), e o carbonato de cálcio precipitado como materiais de referência. Os valores individuais de RDA obtidos com o carbonato de cálcio precipitado estão apresentados na Apêndice 5.

Tabela 4.3 - RDA dos dentífricos utilizando os materiais de referência carbonato de cálcio precipitado e pirofosfato de cálcio RCPP

Dentífrico (forma)	RDA (CaCO_3)	RDA ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$)
A (gel)	30 ± 2 (n = 8)	72 ± 3 (n = 8)
B (creme)	36 ± 1 (n = 6)	89 ± 6 (n = 11)
C (gel - lote 1)	23 ± 4 (n = 4)	35 ± 5 (n = 4)
C (gel - lote 2)	25 ± 1 (n = 6)	39 ± 4 (n = 11)
D (creme)	42 ± 11 (n = 8)	59 ± 5 (n = 8)
E (creme)	19 ± 2 (n = 8)	30 ± 4 (n = 8)

n = número de determinações.

Os resultados de abrasividade de todos os dentífricos avaliados em relação ao carbonato de cálcio foram mais baixos que os obtidos em relação ao material de referência pirofosfato de cálcio RCPP, mostrando que a abrasividade do carbonato de cálcio é maior que a do pirofosfato de cálcio utilizado. Entretanto não se obteve um fator constante de proporcionalidade entre os valores de RDA dos dentífricos obtidos usando os dois materiais de referência. A relação entre a RDA (CaCO_3) e a RDA ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$) para os dentífricos analisados variou de 1,5 a 2,4, entretanto não se encontrou uma explicação para esta variação. Desta forma, foram realizadas as análises da abrasividade do carbonato de cálcio pelo método radiométrico, do tamanho das partículas pelo método da sedimentação e da forma das partículas pela microscopia eletrônica de varredura.

4.6 Determinação da abrasividade do carbonato de cálcio precipitado pelo método radiométrico

A abrasividade do carbonato de cálcio precipitado foi determinada pelo método radiométrico utilizando o pirofosfato de cálcio ARCPP como material de referência.

A Tabela 4.4 mostra a média e o desvio padrão dos resultados de RDA obtidos na UI para o carbonato de cálcio precipitado. Os valores individuais de RDA obtidos para esta determinação estão apresentados no Apêndice 2.

Tabela 4.4 - Determinação da RDA para o carbonato de cálcio precipitado

RDA ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ lote ARCPP)	RDA (CaCO_3)
100	239 ± 44 (n = 16)

n = número de determinações.

Na Tabela 4.4 os resultados mostram que o carbonato de cálcio estudado é aproximadamente 2,4 vezes mais abrasivo que o material de referência pirofosfato de cálcio ARCPP, portanto ao se determinar a abrasividade de dentifrícios utilizando-se o carbonato de cálcio como material de referência, deveria se obter valores de RDA 2,4 vezes menores do que quando se utiliza o pirofosfato de cálcio como referência.

4.7 Análise da distribuição do tamanho das partículas de carbonato de cálcio precipitado

As medidas da distribuição tamanho das partículas de carbonato de cálcio precipitado foram realizadas também no Departamento de Metalurgia e Materiais Cerâmicos do IPEN, como descrito no item 4.3 deste Capítulo.

A Figura 4.5 mostra a distribuição do tamanho das partículas de carbonato de cálcio em função da porcentagem em peso das partículas da amostra. Os resultados tabelados obtidos para esta determinação estão apresentados no Apêndice 6.

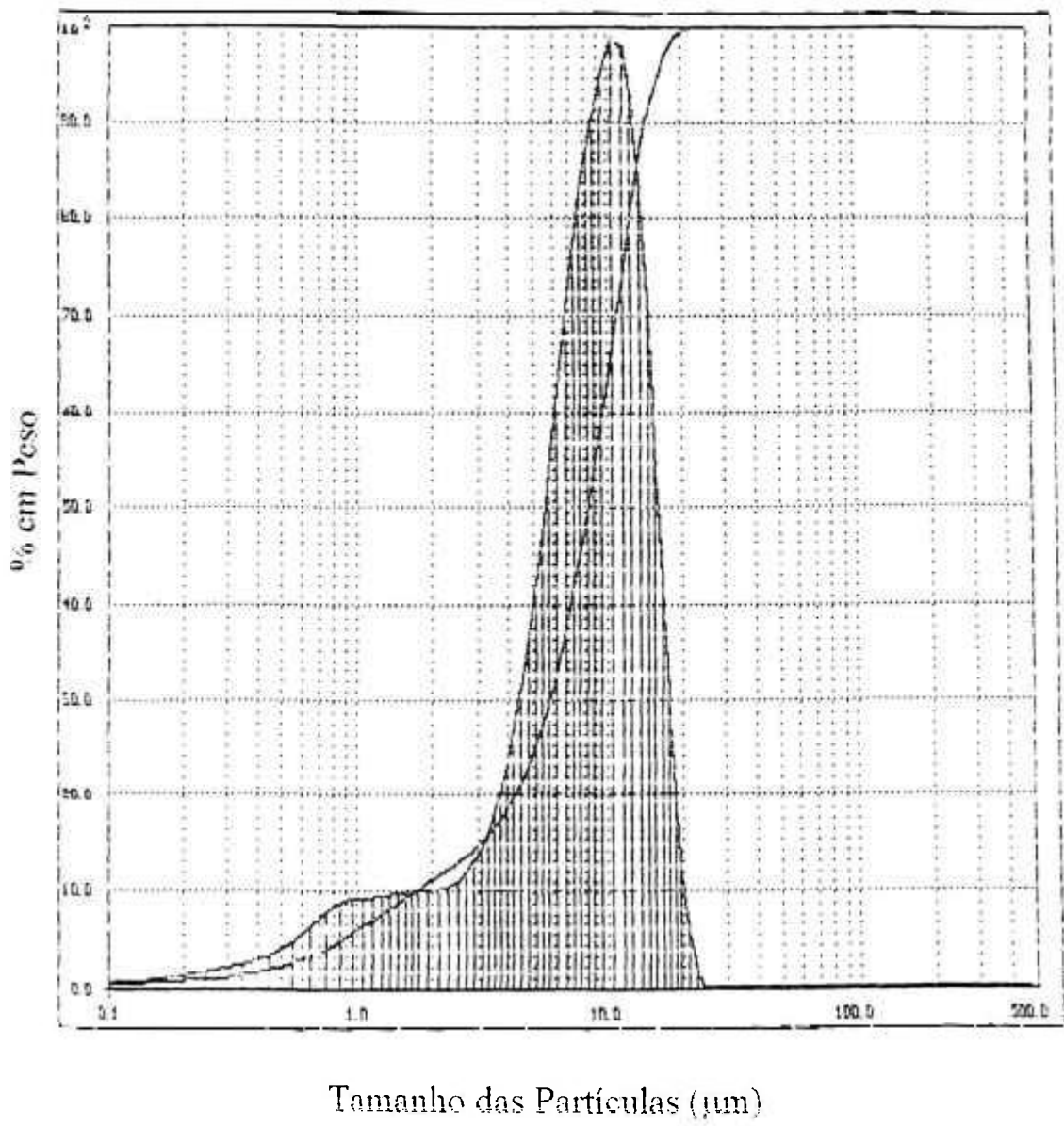


Figura 4.5 - Distribuição do tamanho das partículas de carbonato de cálcio

O tamanho médio das partículas de carbonato de cálcio precipitado obtido foi de 8,27 μm . A distribuição do tamanho das partículas obtida na Figura 4.5 apresenta dois picos, um deles na região em que as partículas estão próximas de 1 μm , e outro pico bastante uniforme, na região das partículas próximas a 10 μm .

O tamanho médio das partículas de carbonato de cálcio apresenta um valor bastante próximo dos valores obtidos para os dois lotes de pirofosfato de cálcio RCPP e ARCPP, que foram de 9,87 e 7,56 μm , respectivamente. Portanto, o tamanho médio das partículas de carbonato de cálcio não estaria influenciando **significativamente nos resultados** de sua abrasividade mais elevada obtida em relação ao pirofosfato de cálcio.

4.8 Morfologia das partículas de carbonato de cálcio precipitado

A análise da forma das partículas de carbonato de cálcio foi realizada por meio da microscopia eletrônica de varredura, como mencionado no item 4.4 deste Capítulo, no Departamento de Física Geral do Instituto de Física da USP.

As Figuras 4.6 (a) e (b) ilustram imagens da amostra de carbonato de cálcio.

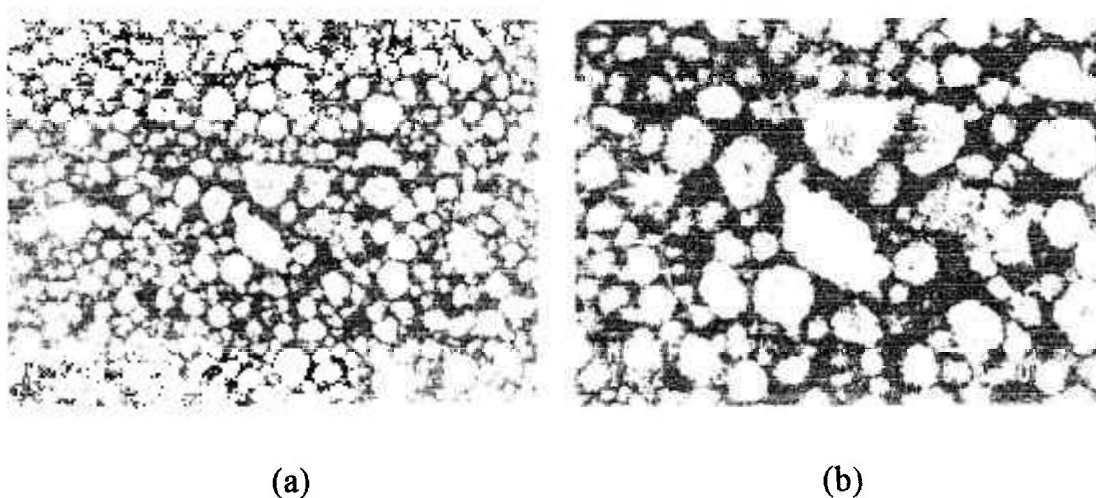


Figura 4.6 - Imagem da amostra de carbonato de cálcio. Aumento: (a) 600 X e (b) 1 200X.

Como pode ser observado nas Figuras 4.6 (a) e (b), os cristais de carbonato de cálcio apresentam formas diferentes, que podem ser consideradas como aglomerados de partículas, de formas arredondadas e alongadas, semelhantes a uma esponja e outra forma semelhante a uma estrela com ângulos bem definidos. Estas características podem provavelmente proporcionar maior abrasividade ao carbonato de cálcio, quando comparadas com as dos dois lotes de pirofosfato de cálcio analisados no item 4.4.

4.9 Determinação da abrasividade de dentifrícios de lotes diferentes

Foi realizado um estudo comparativo da abrasividade de dois lotes de uma mesma marca de dentifrícios. A Tabela 4.5 apresenta estes resultados da abrasividade dos dentifrícios cujas análises foram realizadas no IPEN. Os valores individuais de RDA dos diferentes lotes de dentifrícios são apresentados no Apêndice 7.

Tabela 4.5 - Determinação da RDA para diferentes lotes de dentifrícios

Dentifrício E (creme)		Dentifrício C (gel)	
RDA (lote 1)	RDA (lote 2)	RDA (lote 1)	RDA (lote 2)
30 ± 4 (n = 6)	59 ± 4 (n = 2)	35 ± 5 (n = 4)	38 ± 4 (n = 11)

n = número de determinações.

Os resultados de RDA obtidos para o dentifrício da marca E indicam que uma mesma marca de dentifrício pode apresentar abrasividades distintas dependendo do lote, e conseqüentemente alterar também a classificação quanto ao potencial de limpeza de baixo para o lote 1 e médio para o lote 2. Para o dentifrício da marca C não foi verificada esta diferença na abrasividade com o lote, podendo-se classificar o dentifrício de ambos os lotes como de potencial de limpeza baixo.

Estes resultados indicam a importância de as indústrias realizarem um controle de qualidade quanto a abrasividade dos dentifrícios a serem comercializados. Esta alteração na abrasividade com o lote se deve provavelmente ao uso de material abrasivo com concentração ou características diferentes, como tamanho de suas partículas.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho mostraram que o método radiométrico desenvolvido para avaliação da abrasividade dos dentífrícios pode ser aplicado no controle de qualidade destes produtos.

As condições de irradiação dos dentes no reator nuclear estabelecidas foram satisfatórias pois não houve alteração significativa na dureza da dentina e a radioatividade induzida ao ^{31}P foi apropriada para as determinações do grau de abrasividade dos dentífrícios.

As modificações introduzidas no método radiométrico adotado pela ADA com relação a montagem da dentina irradiada, tipo de máquina de escovação, preparação das amostras para medida da atividade beta e equipamentos de medida mostraram-se adequadas.

Os resultados de abrasividade dos dentífrícios avaliados segundo o procedimento estabelecido neste trabalho foram altamente satisfatórios. Os resultados obtidos no IPEN foram concordantes com os resultados obtidos no Instituto de Saúde Oral da Universidade de Indiana. Os desvios padrões relativos dos RDA obtidos no IPEN variaram de 4,2 a 10,3 %, enquanto que os resultados da UI apresentaram desvios padrões relativos variando de 12,6 a 18,4 %. A vantagem de se utilizar os equipamentos da UI está na rapidez da análise, sendo que a máquina de escovação V-8 permite a escovação simultânea de oito corpos de prova, ao contrário da máquina utilizada no IPEN, que permite a escovação de apenas um espécimen e o contador cintilador

líquido usado na UI apresenta a vantagem de não necessitar da secagem das suspensões de dentifrício e material de referência para as medidas do ^{32}P .

As análises realizadas para os dois lotes de pirofosfato de cálcio, RCPP utilizado no IPEN e ARCPP no Instituto de Saúde Oral, não apresentaram diferenças significativas com relação ao tamanho e morfologia das partículas. O lote de pirofosfato e cálcio RCPP mostrou ser mais abrasivo que o lote ARCPP, entretanto os valores de RDA dos dentifrícios obtidos utilizando os dois lotes de pirofosfato de cálcio puderam ser considerados iguais.

O grau de abrasividade do carbonato de cálcio precipitado da Rhône-Poulenc, mostrou ser maior que o do pirofosfato de cálcio lote ARCPP. O tamanho médio das partículas de carbonato de cálcio foi similar ao tamanho médio obtido para as partículas de pirofosfato de cálcio RCPP e ARCPP, entretanto, a morfologia das partículas de carbonato de cálcio em forma de estrela, provavelmente proporcionou maior abrasividade em relação aos dois lotes de pirofosfato de cálcio. Os valores de RDA obtidos para os dentifrícios A, B, C, D e E utilizando-se o carbonato de cálcio como material de referência foram inferiores aos valores obtidos utilizando-se o pirofosfato de cálcio RCPP como referência, entretanto não se obteve um fator constante de proporcionalidade entre estes dois materiais de referência.

A precisão dos resultados utilizando-se o carbonato de cálcio como material de referência foi, em geral, da mesma ordem de grandeza da precisão dos resultados obtidos com o pirofosfato de cálcio lote RCPP.

Os valores de RDA das cinco amostras de dentifrícios avaliadas utilizando o pirofosfato de cálcio como material de referência variaram de 30 a 89 e portanto estão dentro do valor limite de RDA igual a 250 estabelecido pela American Dental Association.

Os resultados de RDA obtidos para lotes diferentes da mesma marca de dentifrício podem apresentar valores distintos, indicando a necessidade de se realizar o controle da abrasividade dos dentifrícios para cada lote fabricado.

APÊNDICE 1

1. Resultados individuais de RDA obtidos no IPEN

Dentifício			
A	B	C (lote 2)	D
72,3±4,7	83,7±6,2	34,0±2,5	51,1±2,3
75,4±4,8	88,7±6,3	34,3±2,4	58,6±2,1
75,3±5,6	82,3±5,8	34,2±2,6	58,9±1,5
75,3±4,7	85,0±6,0	35,2±2,8	62,7±1,7
71,3±4,3	97,5±2,4	43,4±1,7	61,2±2,7
71,4±4,4	96,4±2,6	43,1±1,5	50,5±1,9
68,4±4,1	93,9±3,5	40,7±1,7	65,0±2,3
67,5±4,3	80,8±4,4	40,6±4,0	62,3±2,3
	84,7±4,7	43,1±1,3	
	86,7±6,0	40,8±0,8	
	98,2±5,5	38,6±2,0	

2. Resultados individuais de RDA obtidos na UI

Dentifício			
A	B	C (lote 2)	D
97,2±3,8	76,4±3,8	28,4±3,4	47,1±4,1
68,3±3,7	93,9±4,4	35,5±2,8	60,5±2,0
69,9±5,4	96,0±4,0	54,6±2,2	43,2±2,4
96,5±2,7	97,6±9,0	31,4±2,3	45,8±2,1
60,6±2,4	96,2±3,0	66,4±3,2	52,2±2,3
78,5±3,4	95,3±3,2	32,7±2,0	48,6±2,1
77,2±3,9	88,2±5,1	30,9±2,2	68,2±2,4
61,1±2,5	118,1±3,9	64,6±2,0	46,8±2,1

APÊNDICE 2

Resultados individuais de RDA para o pirofosfato de cálcio lote RCPP e para o carbonato de cálcio precipitado

Pirofosfato de Cálcio RCPP	Carbonato de Cálcio Precipitado
122,0±11,0	176,8±5,3
119,5±4,4	284,9±33,8
131,4±16,7	282,9±40,7
128,1±19,7	260,8±9,5
136,1±15,3	327,2±36,4
142,0±10,6	264,4±28,8
113,3±16,9	176,7±37,6
123,0±5,5	228,3±8,5
117,8±5,9	184,4±8,0
132,0±16,3	261,7±5,7
135,9±10,2	275,8±23,4
138,1±17,5	245,0±5,5
135,3±6,5	197,7±88,1
139,3±3,6	238,5±20,6
128,6±20,0	204,7±17,8
122,9±3,1	211,1±15,3

APÊNDICE 3

Resultados da análise da distribuição do tamanho das partículas de pirofosfato de cálcio RCPP

(Porcentagem em peso em função do tamanho das partículas)

% em Peso	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
Tamanho (μm)	0,4	1,2	1,9	2,7	3,5	4,3	4,9	5,5	6,0	6,5
% em Peso	1,1	1,2	1,3	1,4	1,5	1,6	1,7	1,8	2,0	2,2
Tamanho (μm)	7,0	7,5	8,0	8,4	8,9	9,5	10,0	10,6	12,0	13,6
% em Peso	2,4	2,6	2,8	3,0	3,2	3,4	3,6	3,8	4,0	4,3
Tamanho (μm)	15,4	17,1	18,8	20,3	21,7	23,0	24,3	25,4	26,5	28,0
% em Peso	4,6	5,0	5,3	5,6	6,0	6,5	7,0	7,5	8,0	8,5
Tamanho (μm)	29,4	31,2	32,5	33,8	35,5	37,5	39,5	41,4	43,3	45,2
% em Peso	9,0	10,0	11,0	12,0	13,0	14,0	15,0	16,0	17,0	18,0
Tamanho (μm)	47,0	50,4	53,7	56,8	59,7	62,4	65,0	67,4	69,8	72,4
% em Peso	19,0	20,0	21,5	23,0	24,5	26,0	28,0	30,0	32,0	34,0
Tamanho (μm)	75,2	78,2	82,5	86,5	89,9	92,7	95,5	97,6	98,9	99,6
% em Peso	36,0	38,0	40,0	43,0	46,0	50,0	53,0	56,0	60,0	63,0
Tamanho (μm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% em Peso	66,0	70,0	75,0	80,0	85,0	90,0	95,0	100,0	110,0	120,0
Tamanho (μm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% em Peso	130,0	140,0	150,0	160,0	170,0	180,0	190,0	200,0	210,0	220,0
Tamanho (μm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% em Peso	240,0	260,0	280,0	300,0	330,0	360,0	400,0	430,0	460,0	500,0
Tamanho (μm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

APÊNDICE 4

Resultados da análise da distribuição do tamanho das partículas de pirofosfato de cálcio ARCPP
(Porcentagem em peso em função do tamanho das partículas)

% em Peso	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
Tamanho (µm)	0,9	1,8	2,7	3,7	4,7	5,7	6,5	7,3	8,0	8,7
% em Peso	1,1	1,2	1,3	1,4	1,5	1,6	1,7	1,8	2,0	2,2
Tamanho (µm)	9,3	10,0	10,7	11,4	12,0	12,7	13,5	14,3	16,1	18,2
% em Peso	2,4	2,6	2,8	3,0	3,2	3,4	3,6	3,8	4,0	4,3
Tamanho (µm)	20,5	22,8	24,9	26,9	28,6	30,2	31,7	33,1	34,3	36,0
% em Peso	4,6	5,0	5,3	5,6	6,0	6,5	7,0	7,5	8,0	8,5
Tamanho (µm)	37,6	39,5	40,9	42,2	43,8	45,9	47,8	49,8	51,6	53,4
% em Peso	9,0	10,0	11,0	12,0	13,0	14,0	15,0	16,0	17,0	18,0
Tamanho (µm)	55,2	58,5	61,7	64,6	67,3	69,8	72,0	74,1	76,1	78,3
% em Peso	19,0	20,0	21,5	23,0	24,5	26,0	28,0	30,0	32,0	34,0
Tamanho (µm)	80,7	83,2	86,9	90,2	92,9	95,0	97,1	98,5	99,4	99,8
% em Peso	36,0	38,0	40,0	43,0	46,0	50,0	53,0	56,0	60,0	63,0
Tamanho (µm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% em Peso	66,0	70,0	75,0	80,0	85,0	90,0	95,0	100,0	110,0	120,0
Tamanho (µm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% em Peso	130,0	140,0	150,0	160,0	170,0	180,0	190,0	200,0	210,0	220,0
Tamanho (µm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% em Peso	240,0	260,0	280,0	300,0	330,0	360,0	400,0	430,0	460,0	500,0
Tamanho (µm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

APÊNDICE 5

Resultados individuais de RDA dos dentifrícios obtidos com o material de referência carbonato de cálcio precipitado

Dentifrício			
A	B	C (lote 2)	D
27,7±2,0	35,0±2,3	23,5±2,8	53,0±1,3
29,2±5,9	36,2±2,2	25,3±3,3	60,8±1,5
31,1±3,7	36,1±2,2	24,4±3,5	31,7±0,9
33,0±3,3	35,9±3,8	24,0±3,4	37,1±1,2
27,5±0,9	37,1±2,4	25,6±3,2	35,4±1,7
29,6±0,7	36,3±5,1	25,2±4,8	30,9±1,6
30,2±2,7			40,5±2,1
32,1±2,3			43,7±1,8

APÊNDICE 6

Resultados da análise da distribuição do tamanho das partículas de carbonato de cálcio precipitado
(Porcentagem em peso em função do tamanho das partículas)

% em Peso	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
Tamanho (µm)	0,2	0,6	1,0	1,6	2,1	2,8	3,5	4,4	5,2	5,9
% em Peso	1,1	1,2	1,3	1,4	1,5	1,6	1,7	1,8	2,0	2,2
Tamanho (µm)	6,6	7,2	7,8	8,4	8,9	9,4	9,9	10,3	11,1	11,9
% em Peso	2,4	2,6	2,8	3,0	3,2	3,4	3,6	3,8	4,0	4,3
Tamanho (µm)	12,6	13,3	14,0	14,7	15,4	16,1	17,0	17,8	18,8	20,3
% em Peso	4,6	5,0	5,3	5,6	6,0	6,5	7,0	7,5	8,0	8,5
Tamanho (µm)	22,0	24,4	26,3	28,4	31,3	35,2	39,4	43,6	47,8	51,9
% em Peso	9,0	10,0	11,0	12,0	13,0	14,0	15,0	16,0	17,0	18,0
Tamanho (µm)	56,0	63,8	71,2	77,9	83,7	88,5	92,3	95,0	97,0	98,3
% em Peso	19,0	20,0	21,5	23,0	24,5	26,0	28,0	30,0	32,0	34,0
Tamanho (µm)	99,1	99,6	99,9	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% em Peso	36,0	38,0	40,0	43,0	46,0	50,0	53,0	56,0	60,0	63,0
Tamanho (µm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% em Peso	66,0	70,0	75,0	80,0	85,0	90,0	95,0	100,0	110,0	120,0
Tamanho (µm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% em Peso	130,0	140,0	150,0	160,0	170,0	180,0	190,0	200,0	210,0	220,0
Tamanho (µm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% em Peso	240,0	260,0	280,0	300,0	330,0	360,0	400,0	430,0	460,0	500,0
Tamanho (µm)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

APÊNDICE 7

Resultados individuais da RDA para diferentes lotes de dentifrícios

Dentifício E		Dentifício C	
Lote 1	Lote 2	Lote 1	Lote 2
23,9±2,1	61,0±4,8	39,5±2,3	34,0±1,0
30,8±3,0	56,3±3,6	37,1±5,9	34,3±1,0
34,3±2,7		30,8±1,6	34,2±1,0
28,4±2,2		31,1±1,9	35,2±1,0
25,6±2,3			43,4±1,2
34,6±3,0			43,1±1,2
			40,7±1,1
			37,7±1,3
			39,9±1,3
			37,8±1,3
			35,8±1,2

ANEXO 1

Expressões matemáticas para o cálculo da propagação de erros

Os valores das taxas de contagens da radiação de fundo não foram considerados neste trabalho, por serem da ordem de 120 cpm, muito baixas em relação às taxas de contagens obtidas para as amostras, da ordem de 5 000 cpm.

Foi obtida a média aritmética \bar{X} das contagens obtidas das alíquotas secas das suspensões de dentifrício e de material de referência, aplicando a relação:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (1)$$

onde \bar{X} = média das taxas de contagens das suspensões secas de dentifrício ou de material de referência,

x_i = valor individual da suspensão seca de dentifrício ou de material de referência,

n = número de amostras das suspensões secas de dentifrício ou de material de referência.

Os desvios padrões destas médias foram obtidos aplicando a seguinte relação:

$$\sigma_{\bar{X}} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2} \quad (2)$$

onde $\sigma_{\bar{X}}$ = desvio padrão da média.

Para o cálculo do desvio padrão da RDA, foram utilizadas as relações (3), (4) e (5):

$$\sigma_Y = \sqrt{\left(\sigma_{x1}^2 / X_1^2\right) + \left(\sigma_{x2}^2 / X_2^2\right)} \cdot (X_1 / X_2) \quad (3)$$

onde σ_Y = desvio padrão da RDA, devido aos erros nas taxas de contagens,

σ_{x1} = desvio da média das taxas de contagens da suspensões secas de dentifrício,

x_1 = média das taxas de contagens das suspensões secas de dentifrício,

σ_{x2} = desvio da média das taxas de contagens da suspensões secas de material de referência,

x_2 = média das taxas de contagens da suspensões secas de material de referência.

$$\sigma_w = \sqrt{\left(\sigma_y^2 * X_3^2\right) + \left(\sigma_{x3}^2 * RDA^2\right)} \quad (4)$$

onde σ_w = desvio padrão do cálculo da RDA levando em consideração o fator de correção f,

x_3 = valor do fator de correção f,

σ_{x3} = desvio padrão na medida do fator de correção f.

$$\sigma_Z = 100 * \sigma_w \quad (5)$$

onde σ_Z = desvio padrão devido a multiplicação da RDA por uma constante, no caso igual a 100.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN DENTAL ASSOCIATION HEALTH FOUNDATION RESEARCH INSTITUTE. Clinical methods for determining dentifrice - cleaning ability. **J. ADA**, v.109, p.759-762, Nov., 1984.

ASHMORE, H.; VAN ABBÉ, N. J.; WILSON, S. J. The measurement in vitro of dentine abrasion by toothpaste. **Brit. Dent. J.**, v.133, p.60-66, 1972.

BARBAKOW, F.; LUTZ, F.; IMFELD, T. Abrasives in dentifrices and prophylaxis pastes. **Quintessence Int.**, v.18, n.1, p.17-21, 1987a.

BARBAKOW, F.; LUTZ, F.; IMFELD, T. A review of methods to determine the relative abrasion of dentifrices and prophylaxis pastes. **Quintessence Int.**, v.18, n.1, p.23-28, 1987b.

BARBAKOW, F.; LUTZ, F.; IMFELD, T. Relative dentine abrasion by dentifrices and prophylaxis pastes: implications for clinicians, manufacturers, and patients. **Quintessence Int.**, v.18, n.1, p.29-34, 1987c.

BARBAKOW, F.; IMFELD, T.; LUTZ, F.; STOOKEY, G.; SCHEMEHORN, B. Dentin abrasion (RDA), enamel abrasion (REA) and polishing scores of dentifrices sold in Switzerland. **Schweiz Monatsschr Zahnmed.** v.99, p.408-413, 1989.

BARBAKOW, F.; LUTZ, F.; IMFELD, T. A critical comparison of dentifrice abrasion scores on dentine recorded by gravimetric and radiotracer methods. **J. Dent.** v.20, p.283-286, 1992.

BRITISH STANDARDS INSTITUTION. **Specification for toothpastes.** 1981, (BS 5136).

BULL, W. H.; CALLENDER, R. M.; PUGH, B. R.; WOOD, G. D. The abrasion and cleaning properties of dentifrices. **Brit. Dent. J.**, v.125, p.331-337, 1968.

CORDON, M. Method for measuring the abrasion of dentin by dentifrices. **J. Dent. Res.** v.50, n.2, p.491-497, 1971.

CORNELL, J. In vitro abrasiveness of dentifrices. **J. Clinical Dent.** p.11-12, 1991.

CHRISTENSEN, R. P.; BANGERTER, V. W. Immediate and long-term in vivo effects of polishing on enamel and dentin. **J. Prosthet. Dent.**, v.57, n.2, p.150-160, 1987.

DAVIS, W. B. A. Reduction in dentin wear resistance by irradiation and effects of storage in aqueous media. **Journal Dental Research.** v.54, n.5, p.1078-1081, 1975.

DAVIS, W. B. A. The cleaning, polishing and abrasion of teeth by dental products. **Cosmetic Science** , v.1, p.39-81, 1978.

DAVIS, W. B. A comparison of dentine abrasion data generated by radiotracer and surface profilometer methods. **J. Oral Rehabil.** v.6, p.177-181, 1979.

DAVIS, W. B. Cleaning and polishing of teeth by brushing. **Community Dent. Oral Epidemiol.** v.8, p.237-243, 1980.

DAVIS, W. B.; REES, D. A. A parametric test to measure the cleaning power of toothpaste. **J. Soc. Cosmet. Chem.** v.26, p.217-224, 1975.

- DE BOER, P.; DUINKERKE, A. S. H.; ARENDS, J. Influence of tooth paste particle size and tooth brush stiffness on dentine abrasion in vitro. **Caries Res.**, v.19, n.3, p.232-239, 1985.
- DOBBS, H. E.; ABBOTT, D. J. Sensitive method for measuring the relative abrasiveness of dentifrices. **J. Dent. Res.** v.47, n.6, p.1072-1079, 1968.
- DUNN, M. J.; SHAPIRO, C. Z. **Dental anatomy head and neck anatomy**. The Williams and Wilkins Company, New York, p.6, 1975.
- EPSTEIN, S.; TAINTER, M. L. Abrasion of teeth by commercial dentifrices. **J. ADA**, v.30, p.1036-1045, 1943.
- GRABENSTETTER, R. J.; BROGE, R. W.; JACKSON, F. L.; RADIKE, A. W. The measurement of the abrasion of human teeth by dentifrice abrasives: a test utilizing radioactive teeth. **J. Dent. Res.**, v.37, p.1060-1068, 1958.
- HARTE, D. B.; MANLY, R. S. Effect of toothbrush variables on wear of dentin produced by four abrasives. **J. Dent. Res.**, v.54, p.993-998, 1975.
- HEFFERREN, J. J. How abrasive should a toothpaste be? **Pharmacy Times.**, p.50-52, July, 1974.
- HEFFERREN, J. J. A laboratory method for assessment of dentifrice abrasivity. **J. Dent. Res.**, v.55, n.4, p.563-573, 1976.
- HEFFERREN, J. J.; KINGMAN, A.; STOOKEY, G. K.; LEHNHOFF, R.; MULLER, T. An international collaborative study of laboratory methods for assessing abrasivity to dentin. **J. Dent. Res.**, v.63, n.9, p.1176-1179, 1984.
- KELLER, C. **Radiochemistry**. Ellis Horwood Limited, England, p.40, 1988.

- KNOLL, G. F. **Radiation detection and measurement**. John Wiley & Sons, Inc., New York, p. 131, 1989.
- MANLY, R. S.; BROWN, P. W.; HARRINGTON, D. P.; CRANE, G. L.; SCHLICHTING, D. A. Laser diffusometer for estimation of smoothness of human dental enamel produced by dentifrice abrasives. **Arch. Oral Biol.**, v.20, p.479-483, 1975.
- MILLER, J. C.; MILLER, J. N. **Statistics for analytical chemistry**. England: Ellis Horwood Limited Publishers, 1988.
- MILLER, W. D. Experiments and observations on the wasting of tooth tissue variously designated as erosion, abrasion, chemical abrasion, denudation, etc. **D. Cosmos.**, v.49, p.109-124, 1907.
- MURRAY, I. D.; McCABE, J. F.; STORER, R. Abrasivity of denture cleaning pastes in vitro and in situ. **Brit. Dent. J.**, v.161, n.4, p.137-141, 1986.
- NEWBRUN, E. **Cariology**. Publishing Co, Chicago:Quintessence, 1989.
- NOORDMANS, J.; PLUIM, L. J.; HUMMEL, J.; ARENDS, J.; BUSSCHER, H. J. A new profilometric method for determination of enamel and dentinal abrasion in vivo using computer comparisons: a pilot study. **Quint. Int.**, v.22, n.8, p.653-657, 1991.
- REDMALM, G. Dentifrice abrasivity. The use of laser light for determination of the abrasive properties of different silicas. An *in vitro* study. **Swed. Dent. J.**, v.10, n.6, p.243-250, 1986.

REDMALM, G.; RYDÉN, H. Dentifrice abrasivity. The use of laser light and supplemental techniques for characterizing toothpastes containing different abrasives. An *in vitro* study. **Swed. Dent. J.**, v.8, n.2, p.57-66, 1984.

REDMALM, G.; RYDÉN, H. Dentifrice abrasivity. The use of laser beams for comparative studies *in vitro* of surface changes. **Swed. Dent. J.**, v.3, p.91-100, 1979.

SAXTON, C. A. Scanning electron microscope study of the formation of dental plaque. **Caries Res.**, v.7, p.102, 1973.

SAXTON, C. A.; COWELL, C. R. Clinical investigation of the effects of dentifrices on dentin wear at the cementsoenamel junction. **JADA**, v.102, p.38-43, 1981.

SMITH, B. G. N.; KNIGHT, J. K. A comparison of patterns of tooth wear with aetiological factors. **Brit. Dent. J.**, v.157, p.16-19, 1984.

STOOKEY, G. K.; MUHLER, J. C. Laboratory studies concerning the enamel and dentin abrasion properties of common dentifrice polishing agents. **J. Dent. Res.**, v.47, n.4, p.524-532, 1968.

STOOKEY, G. K. Role of dentifrices in the prevention of oral disease. In: **THIRD WORLD CONGRESS ON PREVENTIVE DENTISTRY**, June, 1991, Fukuoka, Japan. p.14-19.

TEN CATE, A. R. **Oral histology**. 3 ed, St.Louis, 1989.

VOLPE, A. R. Dentifrices and mouth rinses. In: **STALLARD, R. E. A textbook of preventive dentistry**. W. B. Saunders Company, 2 ed., Philadelphia, p. 170-192, 1982.

WILKINSON, J. B.; PUGH, B.R. Toothpastes - cleaning and abrasion. **J. Soc. Cosmet. Chem.**, v.21, p.595-605, 1970.

WRIGHT, K. H. R. The abrasive wear resistance of human dental tissues. **Wear**, v.14, p.263-284, 1969.