

## DETERMINAÇÃO DE ÍNDICES DE ABRASIVIDADE DE DENTIFRÍCIOS PELO MÉTODO RADIOMÉTRICO

Iara M. C. de Camargo\*, Mitiko Saiki\*, Daniela M. Avila\*, Marina B. A. Vasconcellos\*, Heitor Panzeri\*\* e Elza H. G. Lara\*\*

\*IPEN-CNEN/SP  
Caixa Postal 11049  
05422-970, São Paulo, SP, Brasil  
e-mail: icamargo@net.ipen.br

\*\*Faculdade de Odontologia  
Av. do Café, s/n  
14040-904, Ribeirão Preto, SP, Brasil

### RESUMO

Este trabalho consiste na aplicação do método radiométrico (recomendado pela American Dental Association) para a avaliação da abrasividade de dentifrícios e matérias-primas fornecidos pelas indústrias visando a implantação desta técnica no controle de qualidade destes produtos no Brasil. A precisão dos resultados foi satisfatória, fornecendo valores de desvios padrões relativos que variaram de 1,4 a 15,1%. Os dentifrícios analisados apresentaram valores de índices de abrasividade RDA entre 33 e 88 e, portanto, dentro do valor limite estabelecido pela ADA de 250. Também foi verificado que existe uma correlação entre os resultados de RDA de matérias-primas utilizadas na manufatura de dentifrícios com o tamanho médio de suas partículas.

### INTRODUÇÃO

Atualmente a saúde oral está voltada para a prevenção de doenças bucais.

Entre os produtos de higiene oral, o dentifrício ou pasta dental é um produto utilizado junto com uma escova de dente para remover resíduos alimentares, manchas extrínscas e placa bacteriana da superfície dos dentes, preservando a saúde deles e da gengiva. Além de um dentifrício auxiliar na limpeza dos dentes, ele pode também proporcionar saúde oral por meio da ação de agentes terapêuticos.

Nos últimos tempos há um grande número de marcas e tipos de dentifrícios disponíveis no mercado resultante do fator comercialização e aprimoramento dos conhecimentos científicos. Por exemplo a década de 90 caracteriza-se pelo desenvolvimento e introdução no mercado de novos dentifrícios fluoretados com agentes antiplaca, antigengivite e anticálcio.

Um dentifrício é composto basicamente de umectantes, espessantes, abrasivos, detergentes, dulcificantes e aromatizantes<sup>1</sup>. O agente abrasivo é necessário para remover manchas extrínscas dos dentes<sup>2,3</sup>. Por outro lado se o grau de abrasão for excessivo o risco de desgaste da dentina aumenta se a escovação é feita periodicamente.

A qualidade do dentifrício distribuído no mercado é um aspecto muito importante, portanto, é imprescindível que especificações e procedimentos de controle de matérias-primas, embalagens, processo de fabricação e produto acabado sejam estabelecidos segundo normas prescritas.

Um destes controles de qualidade dos dentifrícios em que as indústrias têm demonstrado interesse é a determinação do grau de abrasão dos dentifrícios.

As determinações de abrasividade em dentifrícios são de grande importância para as indústrias para o controle de seus produtos e das matérias-primas utilizadas na sua produção, para os dentistas para a prescrição de produtos apropriados, para os consumidores para precaver-se do uso de materiais excessivamente abrasivos e para as entidades preocupadas com a saúde oral no Brasil, para normatização de metodologia para o controle de qualidade.

Dentre as várias metodologias para a determinação do grau de abrasão de um dentifrício, destacam-se: método radiométrico, gravimétrico e da avaliação do perfil superficial<sup>4,5</sup>.

Hefferren e colaboradores<sup>6</sup> compararam experimentalmente os métodos mais utilizados para a determinação do grau de abrasão de dentifrícios: o método da avaliação do perfil superficial do dente e dois procedimentos do método radiométrico, um adotado pela American Dental Association (ADA), e outro pela British

Standards Institute (BSI). Os resultados obtidos neste estudo mostraram que os procedimentos do método radiométrico foram mais precisos que o método de avaliação do perfil superficial, e o tempo requerido para a determinação do grau de abrasão por meio do método radiométrico segundo o procedimento ADA foi menor que o procedimento do BSI e o método da avaliação do perfil superficial.

O método radiométrico baseia-se na medida da radioatividade do  $^{32}\text{P}$  transferido para a pasta dental, quando dentes humanos irradiados sob um fluxo de nêutrons de um reator nuclear são submetidos a operações de escovação com as suspensões de dentifício e do material de referência pirofosfato de cálcio.

O objetivo deste trabalho consiste na aplicação do método radiométrico para a avaliação da abrasividade de um lote de dentifícios e matérias-primas fornecido pelas indústrias visando a implantação desta técnica no Brasil e contribuição às indústrias de pastas de dente no controle de qualidade e certificação de seus produtos.

## MATERIAL E MÉTODO

A metodologia descrita a seguir foi baseada no método radiométrico recomendado pela ADA<sup>7</sup>, pelas vantagens e qualidade dos resultados de grau de abrasão obtidos.

**Seleção e Preparação dos Dentes.** Os dentes utilizados para a determinação do grau de abrasão foram as dentinas ou raízes de procedência humana. Dentes sadios e permanentes com uma única raiz foram selecionados, lavados com solução de detergente doméstico por 12 horas e posteriormente foram cortados com um disco abrasivo para separar a raiz da coroa.

As raízes foram armazenadas numa solução de formaldeído 4%, de pH igual a 5.

**Irradiação das Dentinas.** Em cada irradiação foram utilizadas duas dentinas. Elas foram colocadas numa cápsula de polietileno em solução de formaldeído 4% e submetidas a um fluxo de nêutrons térmicos de  $10^{12} \text{ n.cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  durante 1 hora de irradiação no reator IEA-R1 do IPEN.

Lascas de dente também foram irradiadas para a obtenção da solução de traçador de  $^{32}\text{P}$  para a determinação do fator de correção das taxas de contagens. Uma massa de 300 a 500 mg de lascas foi submetida a um fluxo de nêutrons de  $10^{12} \text{ n.cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  durante 8 horas no reator IEA-R1 do IPEN.

As dentinas irradiadas foram manuseadas após uma semana de decaimento.

**Montagem das Dentinas Irradiadas.** As duas dentinas foram fixadas em resina acrílica de modo que elas sobressaíam cerca de pelo menos 2 mm da placa de resina e de modo que a escova de dente passe transversalmente ao longo do comprimento da dentina.

A placa de resina preparada foi armazenada em solução de formaldeído 4%.

**Máquina de Escovar Dentes e Escovas de Dente.** A máquina de escovação fornecida pela Kolynos do Brasil Ltda consiste de um braço que comporta duas escovas, uma cubeta de lucite confeccionada no IPEN com dimensões externas de 12,5x7,0x8,1 cm para uma capacidade de 300 mL. A máquina opera com uma frequência de escovação de 120 golpes por minuto. O peso aplicado sobre as escovas foi de 330 g.

As escovas de dente utilizadas foram escovas com cerdas de dureza média da Pepsodent. Elas foram estocadas em água destilada um dia antes da sua utilização.

**Preparação do Diluente.** Um volume de 50 mL de glicerina foi aquecido entre 60 e 80 °C. A este reagente aquecido foram adicionadas 5 g de carboximetilcelulose (CMC) em pequenas quantidades, mantendo a mistura sob agitação. Quando a mistura apresentou-se homogênea, foram adicionados mais 50 mL de glicerina, à temperatura ambiente.

A solução foi mantida sob agitação por um período de uma hora. Após esta etapa a solução foi transferida para um frasco de 1L e adicionado 900 mL de água destilada.

A solução foi agitada à temperatura ambiente por cerca de seis horas até a obtenção de uma solução límpida.

Posteriormente a solução de diluente foi deixada em repouso por um dia antes de usá-la, para envelhecimento e estabilização da viscosidade.

**Preparação das Suspensões.** Foram misturados 10 g de pirofosfato de cálcio da Monsanto Chemical Company com 50 mL de diluente para a preparação da suspensão do material de referência, e 25 g de pasta de dente com 40 mL de água destilada para a preparação da suspensão da pasta dental.

No caso da determinação do índice de abrasividade da matéria-prima, a suspensão foi preparada utilizando 10 g de matéria-prima com 50 mL de diluente.

**Condicionamento das Dentinas para Escovação.** O condicionamento foi feito escovando as dentinas com uma suspensão do material de referência por meio de 6000 escovações (1 escovação representa a passagem "ida e volta" da escova sobre as raízes). Posteriormente esta suspensão radioativa foi descartada.

As raízes foram submetidas a uma nova operação de 1000 escovações quando a mesma placa de resina foi reutilizada em dias subsequentes.

**Escovação das Dentinas.** As dentinas condicionadas foram submetidas a operação de escovação usando a máquina de escovar dentes. O número de escovações aplicadas em cada operação variou de 1000 a 3000, dependendo da atividade da radiação beta das dentinas irradiadas.



As operações de escovação foram executadas seguindo-se a seguinte sequência do uso das suspensões: material de referência, dentífrico ou matéria-prima, material de referência.

Após a escovação a suspensão foi misturada e foram preparadas três amostras pipetando uma alíquota de 3 mL em cada "panelinha" de acrílico. As amostras foram deixadas em repouso no mínimo por uma hora para posterior secagem numa estufa com circulação de ar forçada a uma temperatura inferior a 60 °C por um período de 8 a 12 horas.

**Fator de Correção.** O fator de correção foi determinado experimentalmente para a pasta de dente ou matéria-prima analisada para corrigir as medidas das atividades quanto às características de autoabsorção e ao retroespalhamento da radiação beta do  $^{32}\text{P}$ .

Dissolveram-se as lascas de dente irradiadas com 3 mL de HCl concentrado e a solução foi diluída para 25 mL com água destilada. Esta solução foi utilizada como traçador de  $^{32}\text{P}$ .

Prepararam-se uma suspensão de material de referência e uma de dentífrico. A seguir adicionou-se uma alíquota de 10 a 500  $\mu\text{L}$  de solução de traçador de tal maneira que 3 mL de cada suspensão apresentasse uma taxa de contagem para o  $^{32}\text{P}$  de cerca de 2500 cpm.

Posteriormente procedeu-se a secagem das amostras conforme já descrito para as suspensões submetidas à escovação.

O fator de correção foi calculado pela razão entre as médias das taxas de contagens obtidas para o material de referência e o dentífrico.

**Contagem das Amostras.** As taxas de contagem beta de  $^{32}\text{P}$  das amostras secas foram medidas num Geiger Müller e num cintilador sólido por um período de 1 a 5 minutos. O  $^{32}\text{P}$  é um emissor de partículas beta com uma meia-vida de 14,3 dias e uma energia de 1,7 MeV.

**Cálculo do RDA.** O índice de abrasividade de um dentífrico ou matéria-prima, RDA (Radioactive Dentin Abrasion), é uma medida relativa entre a taxa de contagem obtida para a pasta de dente e a do material de referência que pode ser calculado pela expressão:

$$\text{RDA} = \frac{C_D \cdot \text{FC} \cdot 100}{C_{MR}} \quad (1)$$

onde  $C_D$  é a média das taxas de contagens de  $^{32}\text{P}$  obtidas no dentífrico ou matéria-prima (cpm);  $C_{MR}$  é a média das taxas de contagens de  $^{32}\text{P}$  obtidas no material de referência (cpm); FC é o fator de correção; 100 é o índice de abrasividade do material de referência pirofosfato de cálcio conforme adotado pela ADA<sup>7</sup>.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de RDA de dentífricos são apresentados na Tabela 1.

TABELA 1. Medidas de RDA de Dentífricos

Dentífrico	Forma do Dentífrico (tipo de abrasivo)	n <sup>a</sup>	RDA $\pm$ s <sup>b</sup>	s <sub>r</sub> (%) <sup>c</sup>
A	creme (carbonato de cálcio)	6	71 $\pm$ 1	1,4
B	gel (dióxido de silício)	4	33 $\pm$ 5	15,1
C	creme (carbonato de cálcio e fosfato de cálcio)	8	74 $\pm$ 9	12,2
D (medicinal)	creme <sup>d</sup>	3	38 $\pm$ 2	5,3
E	creme (pirofosfato de cálcio)	3	88 $\pm$ 5	5,7

a. Número de determinações de RDA.

b. Média aritmética e desvio padrão.

c. Desvio padrão relativo.

d. Não apresenta informações sobre o abrasivo.

Os valores de RDA apresentados na Tabela 1 variaram de 33 a 88. Todos os dentífricos analisados têm abrasividade abaixo do valor estabelecido pelos EUA<sup>8</sup>, cujo valor limite de RDA é de 250. Os desvios padrões relativos dos resultados de RDA variaram de 1,4 a 15,1%, os quais mostram uma boa reprodutibilidade do método utilizado. Um dos fatores que influe na precisão do RDA é o efeito "carry over" no qual a remoção da dentina por um agente abrasivo afeta a escovação seguinte sobre o mesmo dente.

É difícil avaliar a exatidão do método, uma vez que não se dispõe de uma pasta dental certificada para o valor de RDA. Para sanar esta dificuldade foi feita uma comparação dos resultados obtidos no IPEN com aqueles obtidos nos EUA, para uma mesma marca e lote de dentífricos. Tais resultados obtidos foram os seguintes.

Dentífrico	RDA (obtidos no IPEN)	RDA (obtidos no EUA)
F (creme)	87 $\pm$ 1	114
G (gel)	79 $\pm$ 11	75

A comparação destes resultados indica que para o dentífrico G há uma boa concordância entre os resultados. Já para a pasta F, os resultados obtidos são da mesma ordem de grandeza, porém, os resultados do IPEN são ligeiramente inferiores aos dos EUA.

Segundo Barbakow e colaboradores<sup>5</sup> usando-se pirofosfato de cálcio como material de referência, os dentífricos podem ser classificados quanto ao seu potencial de limpeza em baixo, médio ou alto quando os seus valores para o RDA forem, respectivamente, menores que 50, entre 50 e 100, e maior que 100. Aplicando esta classificação, os dentífricos B e D podem ser classificados como pastas dentais com baixo potencial de limpeza; os A, C e E podem ser classificados como pastas dentais com médio potencial de limpeza.

A Tabela 2 apresenta resultados de RDA obtidos para as matérias-primas juntamente com o tamanho médio de suas partículas.

TABELA 2. Medida de RDA das Matérias-Primas em Função dos Diâmetros das Partículas

Matéria-Prima	Tamanho da Partícula ( $\mu\text{m}$ ) <sup>a</sup>	RDA $\pm$ s (n) <sup>b</sup>	s <sub>r</sub> (%) <sup>c</sup>
Carbonato de cálcio 1	3,13	54 $\pm$ 4 (8)	7,4
Carbonato de cálcio 2	1,49	19 $\pm$ 2 (8)	10,5
Dióxido de silício	3,21	94 $\pm$ 6 (8)	6,4

a. O tamanho das partículas das matérias-primas foi determinado pelo método sedigráfico no Departamento de Metalurgia do IPEN.

b. Média aritmética e desvio padrão e número de determinações de RDA.

c. Desvio padrão relativo.

Observa-se que existe uma correlação entre os resultados de RDA e o tamanho das partículas das matérias-primas apresentados na Tabela 2, isto é, para o mesmo tipo de abrasivo, carbonato de cálcio, quanto maior o tamanho médio de suas partículas maior foi o grau de abrasão. Estes resultados confirmam as afirmações apresentadas por Boer e colaboradores<sup>9</sup> sobre a influência do tamanho das partículas na abrasividade dos dentífricos. Entretanto esta correlação não foi verificada entre diferentes tipos de abrasivos. A sílica apresentou RDA cerca de duas vezes maior que o carbonato de cálcio 2, apesar destes dois abrasivos apresentarem diâmetro de suas partículas muito próximos.

## CONCLUSÃO

O método utilizado no presente trabalho foi satisfatório, apresentando uma precisão que variou de 1,4 a 15,1%.

Os lotes de dentífricos analisados apresentaram um valor de RDA dentro do valor limite estabelecido pela ADA, 250.

Foi verificado que existe uma correlação entre os resultados de RDA de matérias-primas, para o mesmo tipo de abrasivo, com o tamanho médio de suas partículas, isto é, para o mesmo tipo de abrasivo, quanto maior o tamanho das partículas maior é o grau de abrasão.

## AGRADECIMENTOS

Às indústrias Colgate Palmolive Ltda, Kolynos do Brasil Ltda e Byk Química e Farmacêutica Ltda pelo fornecimento das pastas dentais e das matérias-primas. À Monsanto do Brasil pelo fornecimento de pirofosfato de cálcio. Ao professor J. J. Hefferren da Universidade de Kansas pelas informações teóricas e práticas da metodologia utilizada no presente trabalho. Ao CNPq e FAPESP pelo auxílio financeiro.

## REFERÊNCIAS

- [1] Roa, W. E. P., *Aplicação e composição de dentífricos*, Aerosol Cosmet., v. 5, n. 25, p. 5-14, 1983.
- [2] Pader, M., *Dentifrice Formulation*. In: Pader, M. *Oral Hygiene - Products and Practice*, Marcel Dekker Inc., N. Y., p. 419-434, 1987.
- [3] Baxter, P. M.; Davis, W. B.; Jackson, J., *Toothpaste abrasive requirements to control naturally pellicle*, J. Oral Rehab., v. 8, n. 1, p. 19-26, 1981.
- [4] Hefferren, J. J. Comunicação pessoal.
- [5] Barbakow, B. D. S. F.; Lutz, M. D. F.; Imfeld, D. M. D. T. *A review of methods to determine the relative abrasion of dentifrices and prophylaxis pastes*, Quint. Int., v. 18, n. 1, p. 23-28, 1987.
- [6] 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.
- [7] Hefferren, J. J., *A laboratory method for assessment of dentifrice abrasivity*, J. Dent. Res., v. 55, n. 4, p. 563-573, 1976.
- [8] Cornell, J., *In vitro abrasiveness of dentifrices*, J. Clin. Dent., p. 11-12, 1991.

[9] Boer, R.; 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.

#### **ABSTRACT**

This paper consists on the application of a radiometric method to the evaluation of dentifrice abrasivity in order to bring to use this technique in Brazil. It is a method recommended by the American Dental Association (ADA) from the USA. The precision of the abrasivity indices (RDA) was satisfactory, providing values that varied from 1.4 to 15.1%. The dentifrices analyzed presented RDA values between 33 and 88, therefore, they were within the limit value established by ADA, 250. A correlation between RDA values of raw materials and size of their particles was observed.