



Padronização para análise de dentifrícios adquiridos e distribuídos pelos municípios da Regional de Saúde de Piracicaba (DRS-X)

Luísa Batista Cavalcante Ribeiro¹, Larissa Caroliny de Brito Benedito¹, Antonio Pedro Ricomini Filho¹

¹Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP)

Resumo

No Brasil, a maioria dos dentifrícios utilizados pela população são formulados com carbonato de cálcio (CaCO_3), como abrasivo, e monofluorofosfato de sódio (Na_2FPO_3 ; MFP), como ingrediente ativo contra cárie. Essa formulação possui baixo custo e é frequentemente adquirida através de licitações pelo Sistema Único de Saúde (SUS) e distribuída à população. Entretanto, com o tempo, o íon MFP sofre hidrólise e o fluoreto se liga ao abrasivo, perdendo sua eficácia anticárie. A resolução 530 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), de 04/08/2021, limita a quantidade máxima de fluoreto nos dentifrícios em 1.500 ppm F (mg F/kg), mas não especifica a concentração mínima de fluoreto solúvel necessária ao longo da validade do produto. Para ter efeito anticárie, recomenda-se no mínimo 1.000 ppm F solúvel, contudo, muitos dentifrícios distribuídos pelo SUS não atendem a essa recomendação. Estudos revelaram deficiências na concentração de fluoreto em dentifrícios adquiridos pelo SUS, o que poderia comprometer o controle de cárie na população. Sendo assim, o objetivo deste estudo será obter e avaliar a concentração de fluoreto total (FT) e fluoreto solúvel total (FST) de dentifrícios fluoretados adquiridos e distribuídos pelos 26 municípios do Departamento Regional de Saúde de Piracicaba (DRS-X). Diante disso, durante os seis primeiros meses do projeto, diversos municípios e representantes da DRS-X foram contatados, com o intuito de informá-los sobre o projeto e motivá-los a doarem os dentifrícios. Em acréscimo, para padronização da metodologia, no laboratório de Bioquímica Oral, foram analisados dois tubos de dentifrícios, ambos da marca Sorriso, sendo um aberto recentemente, e outro que foi envelhecido no laboratório.

Palavras-chave: dentifrício, flúor, MFP/monofluorofosfato

Introdução

O uso de dentifrício fluoretado possibilita que diariamente, durante a escovação dos dentes, o fluoreto seja disponibilizado na cavidade bucal para controle da cárie. Para ter efeito anticárie, o fluoreto precisa estar quimicamente solúvel no dentifrício (FDI 2020; Coelho et al., 2020, Cury et al., 2015), pois assim, poderá atuar reduzindo a perda mineral (desmineralização) ou potencializando o ganho mineral (remineralização) (Cury et al., 2023). No entanto, para ter efeito anticárie, os dentifrícios devem conter no mínimo 1.000 ppm F solúvel (dos Santos et al., 2013; Walsh et al., 2010). As formulações de dentifrícios mais utilizadas no Brasil contêm o carbonato de cálcio (CaCO_3) como abrasivo e monofluorofosfato de sódio (Na_2FPO_3 ; MFP) como constituinte ativo anticárie. Nessa forma, o fluoreto está ligado covalentemente ao fosfato e só é liberado após a escovação, ao ser hidrolisado pelas fosfatases salivares (Richards et al., 1996). No entanto, com o decorrer do tempo após a fabricação do dentifrício, o MFP pode ser hidrolisado ainda dentro do tubo de armazenamento, liberando o íon fluoreto, o qual reage com o cálcio do abrasivo, formando compostos insolúveis tipo CaF_2 , o

qual é inativo contra cárie (Ricomini Filho et al., 2012; Cury et al., 2015).

Os dentifrícios formulados à base de monofluorofosfato de sódio e carbonato de cálcio possuem menor custo de fabricação, em comparação com dentifrícios à base de sílica como abrasivo, e, conseqüentemente, possuem valores mais acessíveis no mercado. Devido ao menor custo, estes dentifrícios à base de monofluorofosfato de sódio e carbonato de cálcio são os mais utilizados pela população brasileira, sendo também amplamente adquiridos pelos por meio de licitações para distribuição em programas de saúde do Sistema Único de Saúde (Cury et al., 2015). A legislação vigente não estabelece o valor mínimo de fluoreto solúvel que deveria estar presente nas formulações, sendo assim, diversos dentifrícios utilizados por grande parcela da sociedade brasileira podem não ter efeito anticárie garantido (Leite Filho et al., 2022; Ramos et al., 2022).

A legislação vigente, resolução 530 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) de 04/08/2021, apenas estabelece a concentração máxima de flúor que deve estar presente nos dentifrícios, a qual é de 1.500 ppm F. Entretanto, o impacto benéfico

causado pelo fluoreto ocorre em razão da concentração de fluoreto solúvel presente no dentifrício, que não possui regulamentação. Logo, nota-se a necessidade de avaliar a qualidade e quantidade mínima de fluoreto solúvel, considerando que o controle de cárie por meio de dentifrícios fluoretados disponibilizados pelo SUS é uma questão de saúde pública. Por meio de amostras de dentifrícios dos municípios da DRS-X, o projeto visa verificar a qualidade destes dentifrícios, com o objetivo de promover saúde à população a curto, médio e longo prazo.

Materiais e Métodos

Coleta dos dentifrícios

Com o intuito de adquirir as amostras de dentifrícios para análise, o projeto foi apresentado em duas reuniões com os representantes da DRS-X, pela plataforma Google Meet. Os representantes da DRS-X receberam um formulário com quatro questões relacionadas às políticas internas de saúde coletiva bucal dos municípios, além de saber se os municípios podem contribuir com o projeto de pesquisa com as doações de dentifrícios.

1. Nome do município / DRS *
Insira sua resposta

2. Nome do responsável pelo preenchimento
Insira sua resposta

3. Cargo / função *
Insira sua resposta

4. E-mail para contato *
Insira sua resposta

5. O município distribui dentifrícios/ creme dental em alguma ação da Saúde Bucal? *
 Sim
 Não

6. Quando foi a última compra? Tem o produto em estoque para distribuição? *
Insira sua resposta

7. Para qual população e como é realizada a distribuição? Ex: escolas, PSE, nas palestras, exames. Qual a frequência de distribuição? *
Insira sua resposta

8. O município tem o item "Dentifrício", "Creme Dental" na lista de compra/licitação, ou outra forma de aquisição? *
 Sim
 Não
 Outra

Insira sua resposta

Enviar

Análise comparativa entre dentifrícios em diferentes condições

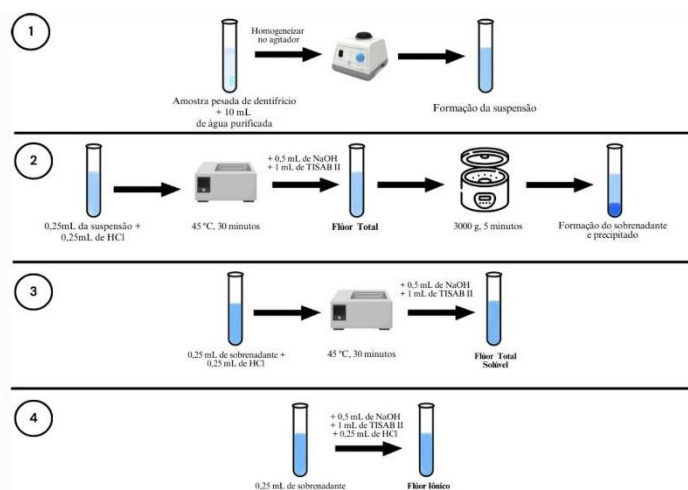
Para calibrar a metodologia, foi analisado, em duplicata, um dentifrício recém comprado e um dentifrício envelhecido na estufa, conforme Tabchoury e Cury (1994). Ambos são a base de MFP, da marca Sorriso e segundo o fabricante possuem 1450 ppmF. Deste modo, é possível averiguar se a quantidade de fluoreto encontrada corresponde com a indicada pelo fabricante, na embalagem, tanto no dentifrício recém-fabricado quanto no dentifrício envelhecido após 384 horas, a 55 °C, na estufa, período correspondente a um ano de armazenamento em temperatura ambiente (22,2 °C).

As análises foram feitas de acordo com Cury et al. (2010), modificado por Bandeira et al. (2023). Uma quantidade entre 90 e 100 mg ($\pm 0,01$ mg), de ambos os dentifrícios fresco e envelhecido, foi pesada e

homogeneizada em 10 mL de água purificada, a fim de solubilizar o conteúdo e formar uma suspensão. Nos tubos, foram pipetados 0,25 mL da suspensão e 0,25 mL de HCl, logo depois, foram colocados em banho maria, a 45 °C, por 30 minutos, para adiantar o processo de hidrólise do fluoreto e determinar o flúor total (FT). Em seguida, foi adicionado 0,5 mL de NaOH, para neutralizar o ácido, e 1 mL de TISAB II, composto que possui ação tampão.

Os tubos de ensaio contendo a suspensão foram centrifugados durante 5 minutos, a 3000 g, com o intuito de separar o sobrenadante do precipitado. Para determinação do flúor total solúvel (FTS), responsável pela ação anticárie, foram pipetados 0,25 mL do sobrenadante e 0,25 mL de HCl. Seguidamente, os tubos foram levados a banho maria, ao longo de 30 minutos, a 45 °C. Por fim, foi adicionado 0,5 mL de NaOH e 1 mL de TISAB II.

Para determinar a concentração de fluoreto iônico (FI), inativo contra a cárie, pois está ligado ao abrasivo do dentifrício, foi pipetado 0,25 mL do sobrenadante, 0,5 mL de NaOH, 0,25 mL de HCl e 1 mL de TISAB II.



Necessita-se fazer o blank, solução que é analisada antes da leitura da concentração dos dentifrícios, para aumentar a milivoltagem do eletrodo de íon-específico de fluoreto, visto que, não possui fluoreto na formulação. O blank é composto por 0,25 mL de água ultrapura, 0,25 mL de HCl, 0,5 mL de NaOH e 1 mL de TISAB II.

A análise de fluoreto foi realizada utilizando eletrodo íon-específico para fluoreto (snX02540, Thermo Scientific Orion, Cambridge, MA, EUA) acoplado a um analisador de íons Versa Star (Thermo Scientific Orion, Cambridge, MA, EUA). Foi realizada uma curva de calibração, para verificar a precisão da análise, com padrões de F de diferentes concentrações. Os padrões são preparados da mesma forma que as amostras e foram feitos três testes, de 1,0 ppm, 4,0 ppm e 10,0 ppm, a partir da solução padrão de flúor (Orion

940907, Thermo Scientific). Os resultados foram expressos em ppm F (mg F/Kg).

Resultados e Discussões

Coleta dos dentifrícios

Por intermédio das reuniões com os representantes do Departamento Regional de Saúde de Piracicaba, foi possível promover o projeto e incentivar a contribuir com a pesquisa. Contudo, até o momento, não recebemos devolutivas quanto ao período em que receberemos os dentifrícios, dado que, alguns municípios estão em processo de publicação da licitação, para a aquisição dos dentifrícios.

Análise comparativa entre dentifrícios em diferentes condições

No eletrodo de íon específico para fluoreto, foi analisada primeiro a curva de precisão, responsável por validar os resultados encontrados nas leituras seguintes.

Padrão (µg F/mL)	Leituras			Média	DP	CV (%)
	mV	mV	mV			
Blank	200,5	200,4	200,6	200,5	0,10	0,05
1,00	126,0	129,5	130,2	128,6	2,25	1,75
2,00	110,2	110,0	110,5	110,2	0,25	0,23
4,00	92,4	92,5	92,4	92,4	0,06	0,06
8,00	75,4	74,9	75,5	75,3	0,32	0,43
16,00	57,8	57,5	58,2	57,8	0,35	0,61
32,00	40,5	40,0	40,2	40,2	0,25	0,63
T - 4	92,8	92,6	93,4	92,9	0,42	0,45

Quadro 1: resultados obtidos na análise dos testes feitos no laboratório

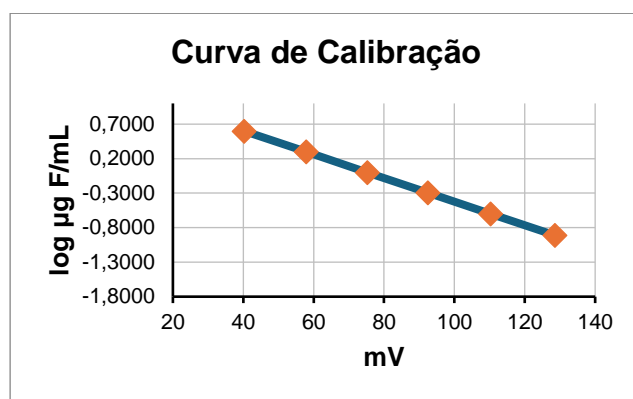


Gráfico 1: curva de calibração

Para análise do dentifrício Sorriso Dentes Brancos fresco, realizada pela doutoranda Larissa, a média de pesagem foi de 128,0 microgramas F/g. O fabricante declara que o dentifrício possui 1450 de ppm F de flúor total, foram encontrados 1450,8 e 1433,8 ppm F de flúor total, o que aponta que o fabricante emprega a quantidade indicada. A média de pesagem para quantificação do flúor solúvel total foi de 1246 microgramas F/g, as concentrações encontradas foram de 1254,1 e 1239,4 ppm F, indicando que nem todo fluoreto presente está livre e, conseqüentemente, possui ação anticárie, porém o valor é acima de 1100 ppm F, quantidade ideal. O MFP encontrado foi 1133,2 e 1104,4. Por fim, a média de pesagem do fluoreto iônico foi de 128,0 microgramas F/g, e foram encontrados 120,9 e 135,0 ppm F.

No dentifrício Sorriso Dentes Brancos envelhecido, houve uma diminuição na concentração de fluoreto total encontrado, sendo 1409,6 e 1415,1 ppm F. O mesmo ocorreu na contração de fluoreto solúvel total, foram encontrados 1099,9 e 1104,2 de ppm F; e, na concentração de MFP, sendo 802,3 e 804,3. Entretanto, a concentração de flúor iônico aumentou, 297,6 e 299,9 ppm F foram encontrados na análise.

Na análise do dentifrício Sorriso Dentes Brancos fresco, realizada pela aluna Luísa, foram encontrados 1342,4 e 1337,1 ppm F, um pouco abaixo do que na análise realizada pela coorientadora, provavelmente devido algum erro durante a pipetagem dos compostos. As concentrações de flúor solúvel total foram de 1686,8 e 1202,3 ppm F. As concentrações de MFP encontradas foram 1580,1 e 1090,4. Por último, 106,7 e 108,9 ppm F foram encontrados no dentifrício fresco.

Na segunda análise, relacionada ao dentifrício envelhecido, as concentrações de flúor total encontradas foram de 1449,0 e 1409,6 ppm F, semelhante ao encontrado na análise da doutoranda Larissa. O flúor solúvel total encontrado foi de 1065,8 e 1078,5 ppm F.

Nota-se, também, diminuição no MFP encontrado, 772,9 e 773,0. A concentração de flúor iônico aumentou, 292,9 e 301,1 ppm F.

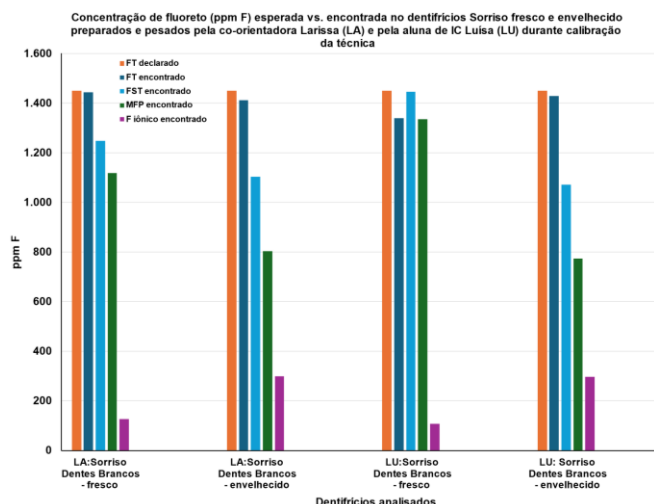


Gráfico 2. Resultados obtidos na análise dos dois dentifrícios da marca Sorriso.

Conclusão

O dentifrício fresco analisado apresentou valores de concentração de fluoreto total próximos ao declarado na embalagem pelo fabricante. No dentifrício envelhecido, em período correspondente a um ano de armazenamento, houve diminuição da concentração do fluoreto solúvel. No entanto, na formulação analisada, os valores encontrados após o envelhecimento estão próximos de 1.000 ppm F, podendo este dentifrício apresentar efeito anticárie.

Bibliografia

1. Bandeira Miranda LF, Machado Tabchoury CP, Cury JA. Optimization of a validated protocol that determines bioavailable fluoride in toothpastes. *Caries Res.* 2023 Aug 1.
2. Coelho CSS, Cury JA, Tabchoury CPM. Chemically Soluble Fluoride in $\text{Na}_2\text{FPO}_3/\text{CaCO}_3$ -Based Toothpaste as an Indicator of Fluoride Bioavailability in Saliva during and after Toothbrushing. *Caries Res.* 2020;54(2):185-193.
3. Cury JA, Oliveira MJ, Martins CC, Tenuta LM, Paiva SM. Available fluoride in toothpastes used by Brazilian children. *Braz Dent J.* 2010;21(5):396-400.
4. Cury JA, Caldarelli PG, Tenuta LMA. Necessity to review the Brazilian regulation about fluoride toothpastes. *Rev Saude Publica.* 2015;49. pii: S0034-89102015000100407.
5. Cury JA, Dantas EDV, Tenuta LMA, Romão DA, Tabchoury CPM, Nóbrega DF et al. Concentração de fluoreto nos dentifrícios a base de MFP/ CaCO_3 mais vendidos no Brasil, ao

6. final dos seus prazos de validade. *Rev Assoc Paul Cir Dent.* 2015 Set;69(3):248–51.
7. Cury JA, Ricomini-Filho AP, Tabchoury CPM. Chapter 5.1: Physicochemical Interactions between Enamel and Oral Fluids. *Monogr Oral Sci.* 2023;31:50-61.
8. dos Santos AP, Nadanovsky P, de Oliveira BH. A systematic review and meta-analysis of the effects of fluoride toothpastes on the prevention of dental caries in the primary dentition of preschool children. *Community Dent Oral Epidemiol.* 2013 Feb;41(1):1-12.
9. FDI. Promoting Dental Health through Fluoride Toothpaste. 2020. Disponível em: <https://www.fdiworldddental.org/promoting-dental-health-through-fluoride-toothpaste>
10. Leite Filho AM, Valdivia-Tapia AC, Costa RCNP, Espinoza EV, Ricomini Filho AP, Cury JA. Fluoride concentration in toothpaste marketed to children in Brazil and Mexico, and discussion on current regulations. *Braz Dent J.* 2022 Mar-Apr;33(2):52-60.
11. Martins CC, Oliveira MJ, Pordeus IA, Cury JA, Paiva SM. Association between socioeconomic factors and the choice of dentifrice and fluoride intake by children. *Int J Environ Res Public Health.* 2011 Nov;8(11):4284-99. doi: 10.3390/ijerph8114284.
12. Ramos MCC, Rebelo MAB, Rebelo Vieira JM, Miranda LFB, Tabchoury CPM, Cury JA. Fluoride toothpaste, sanitary surveillance and the SUS: the case of Manaus-AM, Brazil. *Rev Saude Publica.* 2022;56:9.
13. Richards A, Banting DW. Fluoride toothpaste. In: *Fluoride in Dentistry.* Fejerskov O, Ekstrand J, Burt BA. 2nd ed. Copenhagen: Munksgaard; 1996. p 328-343.
14. Ricomini Filho AP, Tenuta LMA, Fernandes FSF, Calvo AFB, Kusano SC, Cury JA. Fluoride concentration in the top-selling Brazilian toothpastes purchased at different regions. *Braz Dent J.* 2012;23(1):45-8.
15. Walsh T, Worthington HV, Glenny AM, Appelbe P, Marinho VC, Shi X. Fluoride toothpastes of different concentrations for preventing dental caries in children and adolescents. *Cochrane Database Syst Rev.* 2010 Jan 20;(1):CD007868.
16. Tabchoury CPM, Cury JA. Study of dentifrices accelerated aging conditions to foresee the fluoride behavior in normal conditions. *Rev. Bras. Farm.* 1994; 75(3): 67-71