

RESSALVA

Atendendo solicitação do(a)
autor(a), o texto completo desta
dissertação será disponibilizado
somente a partir de 2/03/2028



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de Araçatuba

RENATA DE OLIVEIRA ALVES

**Síntese, caracterização e desempenho do ciclotrifosfato de fluoreto
de cálcio em formulações clareadoras: efeito estético,
propriedades mecânicas e morfológica do esmalte dentário**

Araçatuba – SP
2026

RENATA DE OLIVEIRA ALVES

**Síntese, caracterização e desempenho do ciclotrifosfato de fluoreto
de cálcio em formulações clareadoras: efeito estético,
propriedades mecânicas e morfológica do esmalte dentário**

Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia de Araçatuba, para obtenção do título de Mestra.

Área de Concentração: Saúde Bucal da Criança

Orientador: Prof. Tit. Alberto Carlos Botazzo Delbem

Araçatuba - SP
2026

Catálogo-na-Publicação (CIP)

Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

A474s Alves, Renata de Oliveira.
Síntese, caracterização e desempenho do ciclotrifosfato de fluoreto de cálcio em formulações clareadoras: efeito estético, propriedades mecânicas e morfológica do esmalte dentário / Renata de Oliveira Alves. - Araçatuba, 2026
44 f. : il. ; tab.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia, Araçatuba
Orientador: Prof. Alberto Carlos Botazzo Delbem

1. Clareamento dental 2. Esmalte dentário 3. Peróxido de hidrogênio 4. Dureza 5. Cor 6. Fosfatos 7. Fluoreto de cálcio
I. T.

Black D27
CDD 617.645

Dedicatória

Dedico esta dissertação,

À minha família, pelo apoio constante, e por nunca deixarem de acreditar em mim ao longo de toda essa trajetória. De forma especial, à minha mãe **Aurelia**, ao meu pai **Rubenilton**, que estiveram ao meu lado em cada passo, me incentivando a alcançar meus sonhos e me ajudando a superar cada desafio que surgiu ao longo dessa jornada. Dedico também a todos aqueles que, de alguma forma, direta ou indiretamente, contribuíram para que esse sonho se tornasse realidade.

Agradecimentos

A Deus,

A Ele que conduziu cada passo desta trajetória, permitindo que meus objetivos fossem alcançados e concedendo-me saúde, força e determinação ao longo de todo o caminho. Agradeço pela dádiva da vida e por todas as bênçãos recebidas, muitas delas além do que eu poderia imaginar ou merecer. Por ter sido refúgio nos momentos de fragilidade, força nos dias difíceis e amparo nas horas de incerteza e solidão.

"Para que todos vejam, e saibam, e considerem, e juntamente entendam que a mão do Senhor fez isto"

Isaías 41:20

Aos meus pais: **Aurelia e Rubenilton**

Cada passo da minha trajetória carrega o apoio, a presença e o amor de vocês. Mesmo sem terem tido a oportunidade de cursar o ensino superior, vocês sempre me ensinaram que a educação é um dos caminhos mais valiosos a seguir. Vocês estão sempre presentes em minhas orações, para que Deus continue abençoando suas vidas, pela força, coragem e determinação que sempre demonstraram. Sinto-me abençoada por ser filha de pessoas que, com tanto amor, colocaram minhas necessidades à frente das próprias, muitas vezes abrindo mão de sonhos e objetivos para que eu pudesse ser mais feliz. À minha mãe, **Aurélia**, a senhora não tem dimensão da força que carrega e me transmite. Agradeço por sempre acreditar em mim, mesmo diante das situações mais difíceis. Em todos os momentos, independentemente dos desafios, suas palavras de incentivo, "filha, você consegue, eu acredito", foram abrigo, força e motivação. Sua confiança inabalável, seu cuidado e seu amor constante me deram coragem para seguir, mesmo quando eu mesma duvidei. Ao meu pai, **Rubenilton**, agradeço por sempre me incentivar a seguir na carreira acadêmica e por

acreditar nos meus sonhos. Em um momento de emoção, suas palavras, “mesmo longe de ser um doutor, terei uma filha doutora”, simbolizaram o orgulho, a confiança e a esperança que sempre depositou em mim. Esse incentivo foi essencial para que eu seguisse firme até a conclusão desta etapa da minha trajetória acadêmica. Agradeço por cada esforço, inclusive por aqueles que talvez eu nunca consiga mensurar ou retribuir. Nada disso teria sido possível sem o apoio de vocês. Amo vocês até tocar no céu!

Aos meus irmãos: **Nykolas e Márcio,**

Por caminharem comigo, me acolherem nos momentos difíceis e vibrarem com cada conquista. O amor que sinto por vocês é imenso, e a amizade, a cumplicidade e o carinho que compartilhamos são laços que levarei para toda a vida. Vocês são parte essencial de quem eu sou. Eu amo muito vocês.

Ao Gabriel Nunes,

Você é um presente que Deus colocou em meu caminho. A sua amizade, generosidade e dedicação pela ciência inspiraram meus passos, mostraram caminhos que eu jamais imaginaria trilhar e continuam sendo uma verdadeira inspiração para mim. **Gabriel**, nunca esquecerei tudo o que você fez em minha vida. Você acreditou em mim, me ensinou tantas coisas que levo comigo para a vida acadêmica e pessoal, e abriu horizontes que eu nunca havia imaginado antes de conhecê-lo. Você despertou em mim o interesse pela área acadêmica e me mostrou que a ciência também poderia ser um caminho possível. A palavra grega *meraki*, que significa colocar a alma, a criatividade e o amor em tudo o que se faz, traduz perfeitamente a forma como você se entrega a tudo o que faz e compartilha conhecimento. Obrigada por ter virado essa chave na minha vida e por me impulsionar em todas as minhas conquistas, tanto pessoais quanto acadêmicas. Não me restam dúvidas de que fui muito privilegiada por tê-lo na minha trajetória. É uma honra tê-lo como amigo e referência, e você será sempre lembrado com muito carinho e gratidão na minha vida. Muito obrigada por tudo, Gabs!

Ao Matheus Ragghianti,

Ao meu grande amigo **Matheus Ragghianti**, um irmão que a vida me presenteou. Eu sou muito grata a Deus por tê-lo colocado no meu caminho, pois tudo o que vivemos e construímos juntos vai muito além do que consigo traduzir em palavras. Desde a graduação, você esteve ao meu lado, acompanhando minha caminhada, meu crescimento e cada etapa do meu trabalho, sempre com incentivo, apoio e presença, inclusive nos momentos mais difíceis. As memórias mais marcantes da graduação e da pós-graduação têm você ao meu lado; mesmo seguindo áreas diferentes, sua disposição em ajudar e em compartilhar essa jornada nunca faltou. Que possamos continuar caminhando lado a lado na história um do outro, celebrando juntos as conquistas e as alegrias que ainda nos aguardam. Eu amo você, ami!

À Isabela Gomes,

Minha amiga de laboratório, com quem tive a alegria de me aproximar ainda mais ao longo da pós-graduação. Foi um privilégio compartilhar tantos momentos ao seu lado, nos experimentos, nos artigos e nas conquistas da vida acadêmica. Isa, sou imensamente grata pela sua paciência, humildade e generosidade. Estar ao seu lado tornou essa trajetória muito mais leve e tranquila. Eu te admiro muito e sou muito grata por tudo.

À Denise Fagundes,

Agradeço pelo suporte oferecido durante o desenvolvimento deste projeto, atuando como aluna de iniciação científica. Sua colaboração foi fundamental para a execução dos estudos, sempre com responsabilidade, dedicação e comprometimento. Sou grata por todo o apoio e pela contribuição ao longo desta etapa. Ao longo desse caminho, você se tornou uma grande amiga, e poderá sempre contar comigo.

Aos doutorandos **Luigi Pedrini Guisso** e **Ana Vitória Fernandes**, pela paciência, dedicação e valiosa colaboração na condução de diferentes etapas deste projeto.

Ao meu orientador: **Professor Alberto Carlos Botazzo Delbem**,

Sou grata por todo o percurso que tivemos ao longo desses anos. Desde a iniciação científica, iniciada em 2022 sob sua orientação, foram quatro anos marcados por trabalho constante, aprendizado e amadurecimento científico. Agradeço pelas oportunidades concedidas, pelo ambiente favorável à minha formação profissional e pelo suporte contínuo ao longo dessa trajetória. Professor, tenho profunda admiração e respeito pelo seu trabalho. Muito obrigada!

Aos membros da **banca examinadora da Dissertação**

Agradeço à Professora **Alessandra Buhler Borges** e ao Professor **Juliano Pelim Pessan** pela disponibilidade em compor a banca avaliadora e pela atenção dedicada à avaliação deste trabalho.

A todos Professores, técnicos e servidores, que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho. Agradeço pelo apoio, pela disponibilidade e pelo comprometimento ao longo dessa trajetória, fundamentais para minha formação acadêmica e para a condução deste estudo.

À Comissão Local de Permanência Estudantil (CLPE) da FOA/ UNESP, pela concessão do auxílio moradia, que desempenhou papel crucial para a minha permanência na cidade de Araçatuba-SP, desde a graduação.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES), Código de Financiamento 001.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (**FAPESP**), pelo apoio financeiro, concedido por meio do Processo nº 2024/18477-2.

Ao Laboratório Multiusuário de Biotecnologia e Bioengenharia, por possibilitar o uso do sistema de microtomografia computadorizada (modelo 1272 SkyScan, Brucker).

Ao Laboratório de Microscopia de Ilha Solteira (LaMIS) do Departamento de Física e Química da UNESP- Ilha solteira. Agradeço ao Assistente de Suporte Acadêmico IV, Élton José de Souza, pelo suporte na síntese, na caracterização do composto e nas análises de MEV/EDS.

Epígrafe

"Quando você começa a
caminhar, o caminho aparece"

Rumi

Alves, R.O. **Síntese, caracterização e desempenho do ciclotrifosfato de fluoreto de cálcio em formulações clareadoras: efeito estético, propriedades mecânicas e morfológica do esmalte dentário.** 2026. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista (UNESP), Araçatuba, 2026.

O objetivo deste trabalho foi avaliar *in vitro* um novo agente clareador contendo ciclotrifosfato, fluoreto e cálcio (CaFTMP) e peróxido de hidrogênio (HP) a 17,5% e 35% sobre alteração de cor, propriedades mecânicas e morfológica do esmalte. Para a precipitação do CaFTMP, o ácido ciclotrifosfórico, obtido a partir do ciclotrifosfato de sódio utilizando resina catiônica forte, foi misturado com fluoreto de cálcio. Em seguida, a caracterização foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de raios X de energia dispersiva (EDS), espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e difração de raios X (DRX). Os géis clareadores foram: 1) Controle negativo (sem tratamento, NC); 2) Peróxido de hidrogênio a 35% (35% HP); 3) Peróxido de hidrogênio a 17,5% (17,5% HP); 4) 35% HP + 1% CaFTMP e 5) 17,5 % HP + 1% CaFTMP. Os géis foram aplicados uma única vez em cada sessão, totalizando três sessões de 40 min, realizadas a cada 7 dias. As análises realizadas foram a alteração de cor por meio de espectrofotometria de reflexão, quantificando-se os parâmetros alteração total de cor (ΔE_{ab}), índice de clareamento (ΔWI_D) e diferença total de cor (ΔE_{00}), dureza (SH) rugosidade de superfície (Ra) e conteúdo mineral do esmalte ($gHAp \times cm^{-3} \times \mu m$). As características morfológicas da superfície do esmalte foram avaliadas por MEV e EDS. Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA), seguida do teste de Student–Newman–Keuls ($p < 0,05$). O SEM mostrou formas e tamanhos irregulares das partículas para ambos os TMPs. O EDS identificou O e P em ambos, Na no NaTMP e Ca e F no CaFTMP. A análise FTIR identificou grupos vibracionais característicos do sistema de anéis de ciclotrifosfato. A análise DRX mostrou correspondência posicional entre os picos do NaTMP e o padrão ICSD#18139, com intensidade de pico reduzida. O CaFTMP exibiu um halo amplo entre 25° e 35° com picos mais largos e menos intensos e reflexões adicionais em ângulos baixos e altos. A adição de CaFTMP aos géis clareadores manteve a eficácia do clareamento, reduzindo significativamente a perda de dureza, as alterações na rugosidade da superfície e a perda mineral no esmalte e na dentina, independentemente da percentagem de HP. Alterações morfológicas foram observadas em todos os grupos clareados sob SEM, mas foram menos evidentes naqueles com CaFTMP. Assim, conclui-se que a incorporação de CaFTMP aos géis à base de peróxido de hidrogênio preserva as propriedades mecânicas e morfológicas do esmalte sem afetar a eficácia estética das formulações.

Palavras-chave: Clareamento Dental; Esmalte Dentário; Fosfatos; Fluoreto de Cálcio; Peróxido de Hidrogênio.

ABSTRACT

Alves, R. O. **Synthesis, characterization, and performance of calcium fluoride cyclotriphosphate in whitening formulations: aesthetic effect, mechanical properties, and morphology of dental enamel.** 2026. Dissertação (Mestrado)– Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista (UNESP), Araçatuba, 2026.

The aim of this study was to evaluate, *in vitro*, a new bleaching agent containing cyclotriphosphate, fluoride, and calcium (CaFTMP) and hydrogen peroxide (HP) at 17.5% and 35% on color change and the mechanical and morphological properties of enamel. : For the precipitation of CaFTMP, cyclotriphosphoric acid, obtained from sodium cyclotriphosphate using strong cationic resin, was mixed with calcium fluoride. Next, the characterization was carried out by scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), Fourier-transform infrared (FTIR) spectroscopy, and X-ray diffraction (XRD). Enamel/dentin discs (N = 120) were allocated into five groups according to the bleaching gel: 1) negative control; 2) HP at 35%; 3) at 17.5%; 4) 35% HP + 1% CaFTMP; and 5) 17.5% HP + 1% CaFTMP. The gels were applied once per session, totaling three 40-min sessions, performed every 7 days. The analyses performed included total color change (ΔE_{ab}), whitening index (ΔWI_D), and total color difference (ΔE_{00}), hardness (SH), surface roughness (Ra), and enamel mineral content ($g_{HAp} \times cm^{-3}$). In addition, the morphological characteristics of the enamel surface were evaluated by SEM and EDS. Data were subjected to analysis of variance, followed by the Student–Newman–Keuls test ($p < 0.05$).

Results: SEM showed irregular particle shapes and sizes for both TMPs. EDS identified O and P in both, Na in NaTMP, and Ca and F in CaFTMP. FTIR analysis identified vibrational groups characteristic of the cyclotriphosphate ring system. XRD analysis showed positional correspondence between NaTMP peaks and the ICSD#18139 pattern, with reduced peak intensity. CaFTMP exhibited a broad halo between 25° and 35° with wider, less intense peaks and additional reflections at low and high angles. Adding CaFTMP to bleaching gels maintained whitening efficacy while significantly reducing hardness loss, surface roughness changes, and mineral loss in enamel and dentin, regardless of the HP percentage. Morphological changes were seen in all bleached groups under SEM but were less evident in those with CaFTMP.

Keywords: Calcium Fluoride; Dental Enamel; Phosphates; Tooth Bleaching.

LISTA DE FIGURAS

Figure 1 – Scanning electron microscopy (MEV) photomicrograph of NaTMP (A) 38 and CaFTMP (B) samples, energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) of NaTMP (C) and CaFTMP (D), Fourier-transform infrared (FTIR) spectroscopy (E). δ : bending, ν : stretching, s: symmetric, and as: asymmetric vibrations and X-ray diffraction (XRD) (F).

Figure 2 – Mean values ($\pm$ SD) of total color change (ΔE_{ab}) according to the 39 Commission Internationale de l'Éclairage; dental whiteness index (ΔWI_D); and color change according to CIEDE2000 (ΔE_{00}), according to whitening gels and evaluation time ($n = 12$). Different lowercase letters indicate statistically significant differences among whitening gels at each evaluation time and among evaluation times for each whitening gel (Student–Newman–Keuls; $p < 0.05$).

Figure 3 – Cross-sectional mineral concentration profile ($g_{HAp} \times cm^{-3}$) according to 40 depth (μm) into enamel and dentin in sound and bleached dental enamel across the experimental groups. NC: negative control (no treatment); 17.5% HP: bleaching gel containing 17.5% hydrogen peroxide; 35% HP: bleaching gel containing 35% hydrogen peroxide; 17.5% HP/1% CaFTMP: bleaching gel containing 17.5% HP + 1% CaFTMP; and 35% HP/1% CaFTMP: bleaching gel containing 35% HP + 1% CaFTMP.

Figure 4 – Representative images obtained by scanning electron microscopy of the 41 enamel surface and their respective EDS spectra according to the experimental groups (5,000 $\times$ magnification).

LISTA DE TABELAS

Table 1 – Mean values (SD) of roughness (Ra), surface hardness (SH) and percentage of surface hardness change (%SH), and integrated mineral concentration (IMC) according to treatments (n = 12).	42
Table S1. Experimental design of the pilot study.	43

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA	Analysis of Variance
as	Asymmetric
Ca	Calcium
CaF ₂	Calcium Fluoride
CaFTMP	Calcium Fluoride Cyclotriphosphate
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
EDS	Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy
F	Fluoride
FAPESP	Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo
FTIR	Fourier-transform infrared
H ⁺	Hydrogen ion
HF ₀	Neutral Hydrogen Phosphate
HP	Hydrogen Peroxide
keV	Kiloelectronvolt
Na	Sodium
NaF	Sodium Fluoride
NC	Negative Control
O	Oxygen
P	Phosphorus
Ra	Arithmetical Mean Roughness
S	Symmetric
SEM	Scanning Electron Microscopy
SHf	Surface Hardness Final
SHi	Surface Hardness Initial
TMP	Sodium Trimetaphosphate
%SH	Percentage of Surface Hardness Loss
δ	Bending
υ	Stretching

SUMÁRIO

1 Resumo	17
2 Introdução	18
3 Material e Métodos	19
4 Resultados	26
5 Discussão	28
6 Conclusão	32
Referências	33