

## RESSALVA

Atendendo solicitação do(a) autor(a), o texto completo desta dissertação será disponibilizado somente a partir de 22/02/2024.



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”

Campus de Araçatuba

**TAMIRES PASSADORI MARTINS**

**EFEITO DE GÉIS FLUORETADOS SUPLEMENTADOS COM  
TRIMETAFOSFATO DE SÓDIO NANOPARTICULADO  
SOBRE A REMINERALIZAÇÃO DO ESMALTE DENTAL  
*IN SITU***

Araçatuba

2022

**TAMIRES PASSADORI MARTINS**

**EFEITO DE GÉIS FLUORETADOS SUPLEMENTADOS COM  
TRIMETAFOSFATO DE SÓDIO NANOPARTICULADO  
SOBRE A REMINERALIZAÇÃO DO ESMALTE DENTAL  
*IN SITU***

***Effect of fluoride gels supplemented with nanosized sodium  
trimetaphosphate on enamel remineralization in situ***

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Araçatuba da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Ciência Odontológica – Área: Saúde Bucal da Criança.

**Orientador:** Prof. Assoc. Dr. Juliano Pelim Pessan

**Coorientador:** Prof. Tit. Alberto Carlos Botazzo Delbem

**Coorientadora:** Dra. Lilitiana Carolina Báez-Quintero

Araçatuba

2022

Catálogo-na-Publicação (CIP)

Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

M386e Martins, Tamires Passadori.  
Efeito de géis fluoretados suplementados com trime-  
tafosfato de sódio nanoparticulado sobre a reminerali-  
zação do esmalte dental in situ / Tamires Passadori  
Martins. – Araçatuba, 2022  
65 f. : il. ; tab.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual  
Paulista, Faculdade de Odontologia de Araçatuba  
Orientador: Prof. Juliano Pelim Pessan  
Coorientador: Prof. Alberto Carlos Botazzo Delbem  
Coorientadora: Profa. Lílíana Carolina Báez-Quintero

1. Fluoretos 2. Polifosfatos 3. Cárie dentária 4. Nano-  
partículas I. T.

Black D27  
CDD 617.645

Claudio Hideo Matsumoto – CRB-8/5550

# Dados Curriculares

TAMIRES PASSADORI MARTINS

<b>Nascimento</b>	22/05/1997. Tupã-SP
<b>Filiação</b>	José Carlos Martins Elisângela Pires Passadori Martins
<b>2015/2019</b>	Curso de Graduação em Odontologia pela Faculdade de Odontologia de Araçatuba—UNESP.
<b>2020/Atual</b>	Curso de Pós-Graduação em Ciência Odontológica—Área de concentração: Saúde Bucal da Criança, nível de Mestrado, na Faculdade de Odontologia de Araçatuba.
<b>Associações</b>	CROSP — Conselho Regional de Odontologia de São Paulo. SBPqO — Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica.

# *Dedicatória*

*Tamires Passadori Martins*

## DEDICATÓRIA

*Aos meus pais, José Carlos e Elisângela:*

Por serem meus maiores exemplos de força, fé e amor. Por todo apoio e compreensão durante esta fase e, principalmente, por não medirem esforços para que meus sonhos se realizem. Obrigada por me ensinarem que com humildade, respeito e honestidade podemos ir além e conquistar cada um de nossos objetivos. Não existem palavras que expressem todo meu amor, respeito e gratidão! Sem vocês, nada seria possível! A conquista é nossa! Eu os amo infinitamente!

*Tamires Pasadori Martins*

*Agradecimentos especiais*



## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

### *A Deus,*

Razão da minha existência e meu sustento em todos os momentos. Aquele cuja vontade é boa, perfeita e agradável, e não leva a lugares onde sua graça não possa alcançar. Obrigada, Senhor, pelas infinitas vezes que fostes o meu alívio. Sem ti, nada seria possível!

### *A minha amada Família,*

Por todo apoio, incentivo, amor e compreensão. Obrigada por me ensinarem, a cada dia, que juntos somos mais fortes e podemos tornar tudo possível. Sou privilegiada por tê-los comigo! Amo vocês!

### *Ao meu orientador, Prof. Dr. Juliano Pelim Pessan,*

Pela paciência e generosidade em compartilhar seus conhecimentos, bem como por toda compreensão nos momentos em que mais precisei. Obrigada por toda atenção, disponibilidade e suporte oferecidos a mim ao longo da Iniciação Científica e do Mestrado. Sua dedicação, excelência e empatia ao ensinar são inspirações para mim.

### *Ao meu coorientador, Prof. Dr. Alberto Carlos Botazzo Delbem,*

Por toda disponibilidade e ensinamentos já transmitidos. Agradeço pela colaboração durante a execução deste trabalho, especialmente por sempre garantir o bom funcionamento do laboratório.

### *A minha coorientadora, Dr<sup>a</sup> Liliana Carolina Báez-Quintero,*

Pela acolhida, paciência, compreensão e parceria durante a execução deste trabalho. Obrigada por me ensinar cada detalhe desta metodologia, bem como por

compartilhar seus conhecimentos clínicos e experiências vividas. Que sorte a minha em aprender tanto contigo, Lili! Obrigada por tudo!

*Ao meu namorado, Ronnie Shida Marinho,*

Por todo respeito, compreensão, companheirismo e apoio. Obrigada por acreditar tanto em mim e incentivar-me a ser melhor a cada dia. É uma alegria imensa compartilhar contigo a conclusão de mais uma etapa.

*Aos meus queridos amigos:*

*Mayra Fernanda Ferreira e Marcella Januzzi,*

Que dividem comigo alegrias, conquistas, dificuldades, casos clínicos e a vida dentro e fora da universidade desde a graduação. Não existem palavras que expressem o quanto sou grata e o que significam para mim. Obrigada por tudo! Vocês são pessoas iluminadas e é um grande privilégio tê-las como minhas amigas. Seguiremos juntas! Amo vocês.

*Igor Zen,*

Que me acolheu como aluna de iniciação científica em 2018 e tanto me ensinou desde então, a ponto de despertar meu interesse pela área acadêmica/pesquisa e meu encanto por microbiologia. Obrigada pela paciência em ensinar, por sempre me ajudar (mesmo quando estava do outro lado do mundo) e pela amizade que construímos.

*Mariana Sati,*

Com quem tive o privilégio e a felicidade de dividir a casa e bons momentos ao longo dos últimos dois anos. Obrigada por todo companheirismo, Mari, você me ensinou muito! Agradeço a Deus por ter colocado você em meu caminho. Sentirei saudades, mas estarei sempre aqui torcendo por sua felicidade e sucesso.

*Letícia Capalbo*

Pessoa iluminada e dona de um coração imenso, sempre disposta a ajudar. Lê, obrigada pelo privilégio de conhecê-la um pouco mais e pelo bons momentos que compartilhamos.

*Geórgia e Isabela Peres,*

Pela amizade, apoio e torcida. Obrigada por serem tão presentes em minha vida, mesmo com os inúmeros quilômetros que nos separam.

*A Isabela, Caio, Leonardo, Gabriel, Priscila, Luigi, Thayse, Vanessa, Amanda, Jesse,  
Gabriela, Jéssica, Beatriz, Warley, Pedro e demais colegas de laboratório e Pós-Graduação:*

O convívio com vocês durante esses anos foi ótimo! Obrigada por me receberem tão bem, ajudarem sempre que preciso e por trazerem mais alegria e boas risadas aos meus dias.

*Aos voluntários da pesquisa,*

Muito obrigada pela disponibilidade, compreensão e dedicação. Sem vocês, este estudo não seria possível!

*A Prof. Marcelle Danelon e sua orientada, Francienne Castro,*

Professora Marcelle, agradeço por sua disponibilidade e generosidade em ensinar e sanar as inúmeras dúvidas que surgiram durante a execução deste trabalho. Fran, obrigada pela ajuda durante a formulação dos géis e pela boa convivência.

*Aos professores Robson Frederico Cunha e Cristiane Duque,*

Por todos os ensinamentos já transmitidos durante as clínicas e aulas teóricas, bem como pela boa convivência e exemplos de profissionais que são para mim.

*Tamires Passadori Martins*

# Agradecimentos

*Tamires Pasadori Martins*

## AGRADECIMENTOS

À **Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”**, na pessoa do diretor da Faculdade de Odontologia de Araçatuba, **Prof. Tit. Glauco Issamu Miyahara**, e do vice-diretor, **Prof. Tit. Alberto Carlos Botazzo Delbem**.

Ao Programa de **Pós-Graduação em Ciência Odontológica** da Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP, representado por seu coordenador, **Prof. Assoc. Dr. Juliano Pelim Pessan**.

Aos funcionários da Seção Técnica de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Araçatuba, **Valéria Zagatto, Lilian Mada, Cristiane Lui e Camila Rosa**, pela competência e profissionalismo.

Aos funcionários do departamento de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP, **Luiz, Mário e Ricardo**, por toda atenção e suporte disponibilizados aos alunos.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)** pelo apoio financeiro.

Ao **Frigorífico Better Beef** (Rancharia-SP), na pessoa do gerente de qualidade, **Sr. Danilo dos Santos**, e ao **Frigorífico JBS-Friboi** (Andradrina-SP), na pessoa da diretora executiva de operações, **Sra. Meire Sato**, por permitirem a coleta dos dentes bovinos utilizados no estudo.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a execução deste trabalho,

**Meus mais sinceros agradecimentos!**

*Tamires Pasadori Martins*

# Epigrafe

*Tamires Pasadori Martins*

*“Os sonhos não determinam o lugar em que você vai estar, mas produzem a força necessária para tirá-lo do lugar em que está”.*  
*(Augusto Cury)*

*Tamires Pasadori Martins*

# Resumo

*Tamires Pasadori Martins*



Martins, TP. **Efeito de géis fluoretados suplementados com trimetafosfato de sódio nanoparticulado sobre a remineralização do esmalte dental *in situ***. 2022. Dissertação (Mestrado em Ciência Odontológica, área de Saúde Bucal da Criança) – Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba 2022.

## RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito de géis fluoretados suplementados com nanopartículas de Trimetafosfato de Sódio (TMP) sobre a remineralização de lesões de cárie artificiais *in situ*. Blocos de esmalte dental bovino ( $n=160$ ) foram aleatoriamente divididos entre os grupos de estudo após análise de dureza de superfície (DS) e indução de lesões de subsuperfície. Os géis testados foram: Placebo (sem flúor ou TMP – controle negativo), 9000  $\mu\text{g}$  F/g (9000F – controle positivo), 4500  $\mu\text{g}$  F/g + 5% TMP microparticulado (4500 5%TMPmicro) e 4500  $\mu\text{g}$  F/g + 5% TMP nanoparticulado (4500 5%TMPnano). Dez voluntários utilizaram dispositivos palatinos contendo 4 blocos de esmalte durante 3 dias, após uma única aplicação dos géis, seguindo um protocolo duplo-cego e cruzado. Dois blocos de esmalte foram removidos imediatamente após a aplicação dos géis, para determinar a concentração de fluoreto de cálcio ( $\text{CaF}_2$ ) formado. Após cada fase, determinou-se a porcentagem de recuperação de dureza de superfície (%RDS) e  $\text{CaF}_2$  retido no esmalte. Os dados foram submetidos ANOVA de medidas repetidas e teste de Student-Newman-Keuls ( $p<0.05$ ). A maior %RDS foi observada para o gel 4500 5%TMPnano, seguido por 4500 5%TMPmicro, 9000F e Placebo, com diferenças significativas entre os grupos. Em relação ao  $\text{CaF}_2$  formado, a maior concentração foi observada para o grupo 9000F. Não foram observadas diferenças significativas entre os grupos 9000F, 4500 5%TMPmicro e 4500 5%TMPnano para concentrações de  $\text{CaF}_2$  retido. Conclui-se que a adição de TMP a géis fluoretados melhorou significativamente a remineralização de lesões de cárie *in situ*. O uso de TMP em escala nanométrica potencializou ainda mais este efeito.

**Palavras-chave:** Fluoretos, Polifosfatos, Cárie Dentária, Nanopartículas.

# Abstract

*Tamires Pasadori Martins*

Martins, TP. **Effect of fluoride gels supplemented with nanosized sodium trimetaphosphate on enamel remineralization *in situ***. 2022. Dissertação (Mestrado em Ciência Odontológica, área de Saúde Bucal da Criança) – Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba 2022.

### ABSTRACT

The present study aimed to evaluate the effect of fluoride gels supplemented with nano-sized sodium trimetaphosphate (TMP) on the remineralization of artificial caries lesions *in situ*. Bovine enamel blocks ( $n=160$ ) were randomly distributed among study groups after surface microhardness (SH) analysis and induction of subsurface lesions. Test groups included: Placebo (without F and TMP – negative control), 9000  $\mu\text{g}$  F/g (9000F – positive control), 4500  $\mu\text{g}$  F/g + 5% micrometric TMP (4500 5%+TMPmicro) and 4500  $\mu\text{g}$  F/g + 5% nano-sized TMP (4500 + 5%TMPnano). Ten volunteers used palatal devices containing 4 enamel blocks during 3 days, after a single application of gels, following a double-blind and crossover protocol. Two enamel blocks were removed immediately after topical application of F to determine calcium fluoride ( $\text{CaF}_2$ ) formed on enamel. After each phase, the samples were analyzed by percentage of surface hardness recovery (%SH<sub>R</sub>) and  $\text{CaF}_2$  retained on enamel. Data were analyzed by repeated-measures ANOVA and Student-Newman-Keuls test ( $p<0.05$ ). The highest %SH<sub>R</sub> was observed for 4500 5%TMPnano gel, following by 4500 5%TPMmicro, 9000F, and Placebo, with significant differences among all groups. Regarding  $\text{CaF}_2$  formed, the highest concentration was observed in the 9000F group. No significant differences were observed among 9000F, 4500 5%TMPmicro and 4500 5%TMPnano groups for concentrations of  $\text{CaF}_2$  retained. It was concluded that the addition of TMP to gels improved the remineralization of caries lesions *in situ*. The use of nano-sized TMP further enhanced this effect.

**Key-words:** Fluorides, Polyphosphates, Dental Caries, Nanoparticles.

# *Lista de abreviaturas e símbolos*

*Tamires Pasadori Martins*

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

<b>ANOVA</b>	Analysis of Variance/Análise de Variância
<b>CaF<sub>2</sub></b>	Calcium Fluoride/Fluoreto de Cálcio
<b>°C</b>	Degrees Celsius/Graus Celsius
<b>DS</b>	Dureza de superfície
<b>F</b>	Fluoride/Fluoreto
<b>h</b>	Hour/Hora
<b>HCl</b>	Hydrochloric Acid/Ácido clorídrico
<b>KOH</b>	Potassium Hydroxide/Hidróxido de potássio
<b>L</b>	Liter/Litro
<b>Log<sub>10</sub></b>	Logarithm, base 10/Logaritmo na base 10
<b>mL</b>	Milliliter/Mililitro
<b>M</b>	Molar
<b>mm</b>	Millimeter/Milímetro
<b>mg</b>	Milligram/Miligrama
<b>mmol</b>	Milimol
<b>NaF</b>	Sodium Fluoride/Fluoreto de sódio
<b>nm</b>	Nanometer/Nanômetro
<b>µg</b>	Microgram/Micrograma
<b>µg F/g</b>	Microgram of fluoride per gram/Micrograma de fluoreto por grama
<b>µm</b>	Micrometer/Micrômetro
<b>µM</b>	Micromolar/Micro molar
<b>p</b>	Probability/Probabilidade
<b>pH</b>	Hydrogenionic Potential /Potencial Hidrogeniônico
<b>SD</b>	Standard Deviation/Desvio padrão

<b>SH</b>	Surface hardness
<b>s</b>	Seconds/ <i>segundos</i>
<b>TISAB</b>	Total Ionic Strength Adjustment Buffer/Tampão de Ajuste da Força Iônica Total
<b>TMP</b>	Sodium Trimetaphosphate/Trimetafosfato de sódio
<b>%RDS</b>	Porcentagem de recuperação de dureza de superfície
<b>%SHR</b>	Percentage of surface hardness recovery

# SUMÁRIO

<b>Abstract.....</b>	<b>25</b>
<b>1. Introduction.....</b>	<b>25</b>
<b>2. Materials and Methods .....</b>	<b>26</b>
<i>Ethical aspects and inclusion criteria .....</i>	26
<i>Experimental Design.....</i>	26
<i>Enamel blocks preparation and induction of subsurface lesions .....</i>	27
<i>Synthesis and characterization of nano-sized TMP particles .....</i>	27
<i>Gels formulation and determination of fluoride in products .....</i>	28
<i>Clinical phases of experimental groups.....</i>	28
<i>Analysis of enamel hardness .....</i>	29
<i>Analysis of loosely-bound fluoride on enamel.....</i>	29
<i>Statistical analysis .....</i>	29
<b>3. Results.....</b>	<b>29</b>
<b>4. Discussion.....</b>	<b>30</b>
<b>5. Statement of Ethics .....</b>	<b>33</b>
<b>6. Conflict of Interest Statement.....</b>	<b>33</b>
<b>7. Author Contributions.....</b>	<b>33</b>
<b>8. References .....</b>	<b>34</b>