

**UNIVERZA V LJUBLJANI**  
**FAKULTETA ZA FARMACIJO**

**TJAŠA ŠTRANCAR**  
**DIPLOMSKA NALOGA**  
**UNIVERZITETNI ŠTUDIJSKI PROGRAM KOZMETOLOGIJA**

**Ljubljana, 2015**

**UNIVERZA V LJUBLJANI**  
**FAKULTETA ZA FARMACIJO**

**TJAŠA ŠTRANCAR**

**PROUČEVANJE ABRAZIVNIH DELCEV V IZBRANIH ZOBNIH  
PASTAH**

**TESTING THE ABRASIVE PARTICLES IN SELECTED  
TOOTHPASTES**

**UNIVERSITY STUDY PROGRAMME COSMETOLOGY**

**Ljubljana, 2015**

Diplomsko nalogo sem opravljala na Fakulteti za farmacijo pod mentorstvom Prof. dr. Odon Planinška.

#### ZAHVALA

Zahvaljujem se Prof. dr. Odon Planinšku za mentorstvo, pomoč in nasvete pri izdelavi diplomske naloge.

#### Izjava

Izjavljam, da sem diplomsko nalogo samostojno izdelala pod mentorstvom Prof. Odon Planinška.

Tjaša Štrancar

## Kazalo

1. UVOD.....	1
1.1    Zobne obloge.....	2
1.2    Sestavine zobnih past.....	2
1.3    Abrazivi.....	3
1.4    Metode za merjenje abrazivnosti.....	6
1.4.1    Uporaba radioaktivnih označevalcev .....	6
1.4.2    Profilometrija .....	7
1.5    Termična analiza.....	7
1.5.1    Termogravimetrična analiza.....	8
1.5.2    Opis naprave .....	8
1.6    Vrstična elektronska mikroskopija .....	8
2.    NAMEN DELA.....	9
3.    MATERIALI IN METODE .....	10
3.1    Materiali .....	10
3.2    Naprave .....	10
3.3    Metode.....	10
3.3.1    Izolacija abrazivov od ostalih sestavin zobne paste .....	12
3.3.2    Termogravimetrija.....	12
3.3.3    Elektronska mikroskopija .....	13
3.3.4    Kemijska analiza .....	13
3.3.5    Reometrija.....	13
4.    REZULTATI IN RAZPRAVA.....	14
4.1    Termogravimetrija.....	14
4.2    Elektronska mikroskopija .....	15
4.3    Kemijska analiza .....	23
4.4    Reometrija.....	25
4.4.1    Viskoznost .....	25
4.4.2    Meja plastičnosti .....	26
5.    SKLEP .....	28
6.    LITERATURA.....	30

## KAZALO SLIK

Slika 1: Termogram vzorca Sensodyne Pronamel, graf odvisnosti mase [mg] od temperature [°C]	14
Slika 2: Delci zobne paste Sensodyne Classic, izolirani s TGA-metodo .....	15
Slika 3: Delci zobne paste Sensodyne Classic, izolirani s filtracijo s topli .....	16
Slika 4: Delci zobne paste Sensodyne Pronamel, izolirani s TGA-metodo .....	16
Slika 5: Delci zobne paste Sensodyne Pronamel, izolirani s filtracijo s topli .....	17
Slika 6: Delci zobne paste Sensodyne Repair and Protect, izolirani s TGA-metodo .....	17
Slika 7: Delci zobne paste Sensodyne Repair and Protect, izolirani s filtracijo s topli .....	18
Slika 8: Delci zobne paste Sensodyne Whitening, izolirani s TGA-metodo .....	18
Slika 9: Delci zobne paste Sensodyne Whitening, izolirani s filtracijo s topli .....	19
Slika 10: Delci zobne paste Sensodyne Rapid, izolirani s TGA-metodo .....	19
Slika 11: Delci zobne paste Sensodyne Rapid, izolirani s filtracijo s topli .....	20
Slika 12: Delci zobne paste Sensodyne Complete Protection, izolirani s TGA-metodo .....	20
Slika 13: Delci zobne paste Sensodyne Complete Protection, izolirani s filtracijo s topli .....	21
Slika 14: Delci zobne paste Sensodyne Repair and protect Whitening, izolirani s TGA-metodo ...	21
Slika 15: Delci zobne paste Sensodyne Repair and protect Whitening, izolirani s filtracijo s topli .....	22
Slika 16: Elementna sestava zobne paste Sensodyne Rapid, graf relativne intenzitete posameznega elementa [%] med premikanjem po dolžini preparata [ $\mu\text{m}$ ] .....	24
Slika 17: Elementna sestava zobne paste Sensodyne Classic, graf relativne intenzitete posameznega elementa [%] med premikanjem po dolžini preparata [ $\mu\text{m}$ ] .....	24
Slika 18: Zobna pasta Sensodyne Classic, graf odvisnosti viskoznosti [Pas] od strižne hitrosti [ $\text{s}^{-1}$ ] .....	25
Slika 19: Zobna pasta Sensodyne Classic, graf odvisnosti strižne napetosti [Pa] od strižne hitrosti [ $\text{s}^{-1}$ ] -meja plastičnosti .....	26

## KAZALO PREGLEDNIC

Preglednica I: Sestavine zobnih past in ustnih vodric (1, 2,9,10) .....	3
Preglednica II: Trdota abraziva prikazana z Mohsovo lestvico (2): .....	4
Preglednica III: Pregled in vloga sestavin v izbranih zobnih pastah .....	11
Preglednica IV: Legenda .....	12
Preglednica V: Delež anorganske snovi v zobnih pastah in padec mase v % .....	15
Preglednica VI: Elementna sestava sedmih zobnih past Sensodyne .....	23
Preglednica VII: Viskoznost zobnih past pri strižnih hitrostih $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ in $10^3 \text{ s}^{-1}$ oz. $10^1 \text{ s}^{-1}$ .....	25
Preglednica VIII: Meja plastičnosti zobnih past .....	27

## POVZETEK

Zobne paste za čiščenje zob uporabljamo že več kot 3000 let. V tem času so razvili različne vrste zobnih past za različne potrebe kupcev. Tako poznamo zobne paste za otroke, za občutljive zobe, za beljenje zob, za občutljive dlesni, itd. Njihove glavne sestavine so abrazivi, fluoridne soli, penilci, zgoščevala, vlažilci, arome, sladila, snovi s protimikrobnim delovanjem, barvila, konzervansi in snovi za blaženje občutljivosti zob. Abrazivi, kot so npr. silicijev dioksid, aluminijev hidroksid in natrijev bikarbonat odstranjujejo mehke zobne obloge in tako preprečujejo nastanek zobne gnilobe in vnetja dlesni. Ko jih vgrajujemo v zobne paste, moramo paziti na njihovo velikost in obliko. Preveliki delci oz. pregrobi lahko poškodujejo sklenino. Njihovo abrazivnost merimo s pomočjo radioaktivnih označevalcev RDA (angl. Radioactive Dentin Abrasivity). Vrednost RDA ne sme biti večja od 250, da je zobna pasta varna za uporabo.

Za preučevanje abrazivnih delcev smo izbrali sedem zobnih past znamke Sensodyne. Izolirali smo jih s pomočjo filtracije z vodo in s pomočjo termogravimetra. Ugotovili smo, da se deleži anorganske snovi gibajo med 15,6 % in 30,6 % ter, da zobna pasta Sensodyne Classic vsebuje najmanjši delež anorganske snovi (15,6 %), zobna pasta Sensodyne Whitening pa največji delež anorganske snovi (30,6 %).

Abrazive smo nato slikali z vrstičnim elektronskim mikroskopom SEM Supra 35 VP, pri povečavah od 184-kratne do 1000-kratne. Dobljene velikosti delcev se gibajo med 10  $\mu\text{m}$  do 200  $\mu\text{m}$ , kar ni primerno za uporabo v zobnih pastah, ker poškodujejo sklenino. Delci so verjetno agregirali skupaj, saj je za ustrezno učinkovitost zobnih past najprimernejša velikost med 4  $\mu\text{m}$  do 12  $\mu\text{m}$ .

S pomočjo energijske disperzijske spektroskopije smo določili elementno sestavo vzorcev, ki je pokazala pričakovane rezultate- v zobni pasti Sensodyne Classic je izmed elementov prisotnega največ kalcija (Ca), v ostalih pa silicija (Si).

Na koncu smo preučevali še reološke značilnosti zobnih past. Z merjenjem viskoznosti smo ugotovili, da je zobna pasta Sensodyne Repair and Protect Whitening najbolj viskozna (2083,4 Pas pri  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ). Najmanj viskozna je zobna pasta Sensodyne Pronamel (596,4 Pas pri  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ).

Zobnim pastam smo določili tudi mejo plastičnosti, z merjenjem odvisnosti strižne napetosti od strižne hitrosti, z začetno strižno hitrostjo pri  $0,5 \text{ s}^{-1}$  in končno hitrostjo pri  $500 \text{ s}^{-1}$ . Največjo mejo plastičnosti ima Sensodyne Pronamel (206,6 Pa).

**Ključne besede:** abrazivnost, zobne obloge, RDA-vrednost, silicijev dioksid, termogravimetrija

## **ABSTRACT**

People have been using toothpastes for more than 3000 years. During this time many different dentifrices have been developed for the peoples' needs. Nowadays we know toothpastes for young children, for sensitive teeth, for teeth whitening, for sensitive gum, etc. The main ingredients are abrasives, fluoride salts, foaming agents, thickeners, humectants, aromas, sweeteners, antimicrobial agents, pigments and preservatives. Abrasives like silica, aluminum hydroxide in sodium bicarbonate remove dental plaque and prevent the formation of caries and gum inflammation. When formulating toothpastes, we have to be careful that we do not use too big abrasive particles, because they can harm the enamel. Their abrasivity is measured by RDA-scale (Radioactive Dentin Abrasivity). The RDA value must not exceed the value of 250, so the toothpaste is safe to use.

We used seven Sensodyne toothpastes for the testing of abrasive particles. We isolated them with filtration and by using thermogravimeter. The results have shown that share of abrasive particles is between 15.6 % and 30.6 %. Sensodyne Classic contains the smallest share of abrasive particles (15.6 %) and Sensodyne Whitening contains the largest one (30.6%).

We have used scanning electron microscope SEM Supra 35 VP to scan the samples at magnifications from 184-fold to 1000-fold enlargement. The particles measure between 10  $\mu\text{m}$  to 200  $\mu\text{m}$ , which is not appropriate for the use in toothpastes, because they can make enamel injuries. The particles probably aggregated, because the most appropriate size is between 4  $\mu\text{m}$  do 12  $\mu\text{m}$  for suitable effectiveness.

We used energy dispersive spectroscopy to determine the elemental composition of the samples. The results were expected- Sensodyne Classic contains most of calcium (Ca) as calcium carbonate. Other dentifrices contain most of silicium (Si) as silica or hydrated silica.

In the end, we studied rheological properties of the samples. By measuring viscosity of the toothpastes, we figured out that Sensodyne Repair and Protect Whitening is the most viscid (2083.4 Pas pri  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ) and Sensodyne Pronamel is the least viscid (596.4 Pas pri  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ).

We have also determined plastic limit of the toothpastes, by measuring the dependence of shear stress of shear rate and figured out, that Sensodyne Pronamel has the highest plastic limit (206.6 Pa).

**Keywords:** abrasivity, dental plaque, RDA-value, silica, thermogravimetry

## **SEZNAM OKRAJŠAV**

**DSC** - Differential Scanning Calorimetry

**DMA** - Dynamic-Mechanical Analysis

**EDS** - Energy Dispersive Spectroscopy

**RDA** - Radioactive Dentin Abrasivity

**SEM** - Scanning Electron Microscope

**TGA** - Thermogravimetric Analysis



## 1. UVOD

Zobne paste spadajo med kozmetične izdelke za nego zob. Uvrščamo jih med suspenzije, saj so netopni delci abraziva dispergirani v mediju. Netopni delci so po navadi večji od 1  $\mu\text{m}$ .

Zobne paste in ustne vodice se za čiščenje zob uporabljajo že več kot 3000 let. Med tem časom so razvili formulacije za prekrivanje neprijetnega zadaha, preprečevanje in zdravljenje bolezni zob in dlesni (1).

Na Lamelson-Massachusetts Institute of Technology so leta 2003 naredili študijo, kjer so anketirance spraševali, brez katerih stvari ne bi mogli živeti in zobna ščetka je premagala osebni računalnik, avtomobil, mikrovalovno pečico in mobilni telefon (2). Večina ljudi si ščetka zobe najmanj enkrat na dan in pri tem zraven uporablja zobno pasto. Večina zobnih past vsebuje veliko sestavin in aditivov in na podlagi le-teh lahko zobne paste razvrstimo v sedem kategorij, ki so osnovane na podlagi naših potreb in želja:

- Zobne paste za preprečevanje zobne gnilobe (kariesa),
- Zobne paste za zaviranje nastanka zobnega kamna,
- Zobne paste za zaviranje nastanka zobnega plaka,
- Zobne paste, ki pospešujejo remineralizacijo,
- Zobne paste z učinkom beljenja,
- Zobne paste za zmanjšanje preobčutljivosti zob,
- Zobne paste z naravnimi sestavinami (2).

Z redno zobno higieno zmanjšamo količino zobnega plaka, preprečujemo karies in gingivitis (vnetje dlesni). Zobne paste pomagajo zobni krtački pri mehanskem čiščenju in dostavljajo aktivne učinkovine v zobno votlino. Prav tako preko vezave fluoridnih ionov na hidroksiapatit preprečujejo nastanek kariesa. Fluorid je v zobnih pastah v obliki natrijevega fluorida ( $\text{NaF}$ ), kositrovega fluorida ( $\text{SnF}_2$ ) ali natrijevega monofluorofosfata ( $\text{Na}_2\text{PO}_3\text{F}$ ) (3). Prisoten v katerikoli obliki omogoča, da je dentin bolj odporen proti bakterijam (2).

## 1.1 Zobne obloge

Poznamo mehke in trde zobne obloge. Med mehke uvrščamo pelikulo in zobni plak, med trde pa zobni kamen. Povzročajo nastanek zobne gnilobe, paradontalne bolezni in neprijeten zadah iz ust.

**Pelikula** je proteinska prevleka z značilno sestavo in lastnostmi, ki nastane zaradi selektivne adsorpcije različnih proteinov iz sline na površino zob (4).

Zlahka se tvori na sklenini zob in se sčasoma strdi. Debelina le-te lahko zraste do 10  $\mu\text{m}$  in se obarva v roku nekaj tednov, če je ne odstranimo s ščetkanjem. Mlada pelikula, nastala v roku 24 ur se večinoma odstrani med vsakim ščetkanjem, tako da ne pride do zadebelitve le-te (5).

**Zobni plak** je biofilm, sestavljen iz bakterij, sluzi in ostankov hrane, ki se prilepijo na pelikulo (6). Je vzrok za nastanek zobne gnilobe in bolezni dlesni. Bolezni so posledica delovanja zobnega plaka in okoliškega tkiva. Ko so zobje zdravi, obstaja ravnovesje med zobnim plakom in sosednjim tkivom. Med razvojem bolezni zob se pojavijo spremembe, ki pretvorijo zdrav zobni plak v patogeni biofilm (7). Če zobnega plaka ne odstranimo, poteče mineralizacija le-tega in nastanek trda zobna obloga-**zobni kamen**. Zobni plak in zobni kamen dražita dlesni in povzročita njihovo vnetje. Le-te postanejo otečene in občutljive (6, 7).

**Zobna gniloba ali karies** je posledica bakterijskega metabolizma ogljikovih hidratov iz hrane. Pri tem procesu nastanejo kisline, ki so odgovorne za raztapljanje sklenine. Karies lahko razje tudi dentin, kar vodi v propad zoba (8).

## 1.2 Sestavine zobnih past

Glavne sestavine zobnih past so abrazivi, fluoridne soli, penilci, zgoščevala, vlažilci, arome, sladila, snovi s protimikrobnim delovanjem, barvila, konzervansi in snovi za blaženje občutljivosti zob (Preglednica I). Poleg naštetih uporabljamo tudi sestavine za preprečevanje nastanka zobnega plaka. Le-te posredno vplivajo tudi na zmanjševanje nastanka zobne gnilobe in gingivitisa. Mednje spadajo: triklosan, papain in ekstrakt rdečega korena (lat. *Sanguinaria canadensis*) (2).

Proti zobnemu kamnu delujejo tetrakalijev pirofosfat, tetranatrijev pirofosfat, dinatrijev pirofosfat in papain (2).

Sestavine, ki pospešujejo remineralizacijo so osnovane na amorfnem kalcijevem fosfatu. Ta topna spojina se lahko adherira na zobni dentin in zobni plak. Sestavina poleg opisane funkcije tudi preprečuje zobno gnilobo, zmanjšuje erozijo dentina in zmanjša hipersenzitivnost zob (2).

Preglednica I: Sestavine zobnih past in ustnih vodnic (1, 2,9,10)

<b>Abrazivi</b>	silicijev dioksid, kalcijev karbonat, natrijev bikarbonat, aluminijev trihidrat, aluminijev oksid, trinatrijev fosfat, hidriran silicijev dioksid, dikalcijev fosfat, titanov dioksid
<b>Penilci</b>	natrijev lavrilsulfat, kalcijev glicerolfosfat, stearil etoksilat
<b>Zgoščevala</b>	karboksimetil celuloza, ksantan gumi, silika gel, hidroksietil celuloza, karbopol
<b>Vlažila</b>	glicerol, polietilenglikol, propilenglikol, sorbitol, ksilitol
<b>Arome, sladila</b>	saharin, sorbitol, ksilitol, olje poprove mete, mentol, evkaliptol
<b>Protimikrobne snovi</b>	klorheksidin, triklosan
<b>Barvila</b>	titanov dioksid, azulen
<b>Konzervansi</b>	metilparahidroksibenzoati, etanol
<b>Blažilci občutljivosti</b>	Kalijev nitrat, arginin bikarbonat, kalcijev karbonat, kositrov fluorid
<b>Flouridne soli</b>	natrijev fluorid, natrijev monoflorofosfat, kositrov fluorid

### 1.3 Abrazivi

Abrazivi so ključna sestavina zobnih past, saj odstranjujejo pelikulo (1). Že v starih časih so v zobne paste vključevali abrazivne praške. Kot abrazive so uporabljali kostni pepel (večinoma ga sestavlja  $\beta$ -trikalcijev fosfat), korale, lupine in prašek marmorja (9). Nekaj desetletij nazaj so namesto zobnih past uporabljali prah za zobe in abrazivnost le-teh je bila vsaj desetkrat večja kot abrazivnost zobnih past, ki so danes na trgu (1). Kot glavno

sestavino zobnih prahov so uporabljali natrijev bikarbonat, z velikostjo delcev med 74  $\mu\text{m}$  in 210  $\mu\text{m}$  (23).

Od leta 1990 ponovno lahko opazimo, da abrazivnost zobnih past narašča, zaradi želje potrošnika po učinku beljenja ali visoke stopnje čiščenja zob (11).

Abrazivi delujejo skupaj z zobno pasto in sami po sebi nimajo učinka (3).

Delci abraziva običajno merijo med 4 do 12  $\mu\text{m}$ . Če je zobna pasta preveč abrazivna ali zobe ščetkamo prepogosto in predolgo, se lahko sklenina poškoduje in stanjša, kar se kaže z rumenkastim obarvanjem sklenine. Tako imajo lahko zobne paste poleg belilnega učinka, tudi učinek rumenkastega obarvanja, če jih ne uporabljamo pravilno (12).

Nedavne študije nakazujejo, da bi bilo možno zmanjšati abrazivnost običajne zobne paste in še vedno doseči učinek odstranjevanja pelikule kot ga imajo ostale zobne paste. Za potrošnike z vnetjem dlesni in izpostavljenim dentinom bi ta postopek zagotovil zobno pasto, ki bi bila bolj nežna do tkiv kot trenutno dostopne zobne paste (11).

Pri formuliranju zobne paste moramo razumeti, kako trdota posameznega abraziva učinkuje na zobne površine (Preglednica II).

Preglednica II: Trdota abraziva prikazana z Mohsovo lestvico (2):

Sestavina	Mohsova trdota
Dentin	2.0-2.5
Natrijev bikarbonat	2.5
Dikalcijev fosfat dehidrat	2.5
Kalcijev karbonat	3.0
Dikalcijev fosfat anhidrid	3.5
Hidriran silicijev dioksid	2.5-5.0
Kalcijev pirofosfat	5.0
Aluminijev oksid	9.25

Nikoli ne uporabimo več različnih abrazivov, z namenom, da bi delovali sinergistično.

Nekateri imajo alkalen pH kot npr. apnenec, kalcijev karbonat, natrijev karbonat in bikarbonat in lahko delujejo kot nevtralni pufer v ustni votlini, medtem ko imajo drugi abrazivi nevtralni pH. Natrijev bikarbonat je naravno prisoten v telesu.

Njegov alkalen pH je koristen, saj nevtralizira kisli pH takrat, ko mikroorganizmi prisotni v plaku, metabolizirajo ogljikove hidrate iz hrane. Proizvajalci lahko prilagodijo pH zobne

paste, glede na to, kako jih formulirajo. Cilj vsake zobne paste je očistiti zobne površine brez poškodb dentina, sklenine in dlesni(2).

**Natrijev bikarbonat** je najbolj multifunkcionalen izmed vseh abrazivov. Je najnižje na Mohsovi lestvici in ima podobno trdoto kot dentin, kar dokazuje, da ima nizko abrazivnost. Zobne paste z natrijevim bikarbonatom delujejo proti zobnemu plaku in imajo tudi antibakterijsko delovanje. Če v odstotkih primerjamo, koliko zobnega plaka odstranijo hidriran silicijev dioksid, dikalcijev fosfat in natrijev bikarbonat, naj bi slednji odstranil največ zobnega plaka (2).

Remineralizacija sklenine je najpomembnejši dejavnik pri zmanjševanju nastajanja zobne gnilobe. Neravna površina sklenine vpliva tudi na izgled zob. Če primerjamo tri različne zobne paste, dodatek topnega kalcijevega fosfata, natrijevega bikarbonata in fluorida poveča trdoto sklenine, v primerjavi z običajno zobno pasto s fluoridom, brez natrijevega bikarbonata in kalcijevega fosfata (2).

**Silika oz. silicijev dioksid** je znan po majhni abrazivnosti. Prisoten je v veliko današnjih zobnih pastah zaradi odličnih tehničnih značilnosti in čistilnih lastnosti ter ima različne abrazivne sposobnosti, odvisno od velikosti delcev (11).

Za **aluminijev oksid** je značilna velika abrazivna sposobnost in zobne paste z aluminijem sodijo med najbolj abrazivne na trgu. A še vedno sodijo pod mejo priporočljive RDA-lestvice (11).

**Kalcijev karbonat** so prvič uporabili v zobnih pastah leta 1850. Abraziv je nekompatibilen s fluoridi. To so ugotovili, ko so natrijev fluorid vgradili v zobne paste s kalcijevim karbonatom in taka zobna pasta ni bila zmožna preprečiti nastanka kariesa. Kalcijev karbonat ima tudi zmožnost nevtraliziranja kislin, ki nastajajo v metabolizmu ogljikovih hidratov z mikroorganizmi. Ko je prisoten kot abraziv, se zadrži v mehkih zobnih oblogah, tj. zobnem plaku. Pri nevtralnem pH je netopen, z nižanjem pH pa se njegova topnost poveča. Kalcijev karbonat lahko deluje tudi kot rezervoar za kalcij v zobnem plaku in tako omogoča remineralizacijo zobne sklenine, ki poteče zaradi nastanka kislin in posledičnega raztapljanja sklenine (8).

Tudi **perlit** se lahko uporablja kot abraziv. To je amorfna snov vulkanskega izvora. Večinoma jo sestavlja steklen silikat. Je kemijsko inertna snov in ima nevtralen pH. Naravno vsebuje 2-6 % vode in, ko ga segrejemo na 870 °C tvori penasto strukturo. Z mletjem dobimo fine ploščate delce. Perlit odlično odstranjuje madeže na zobeh in jih zlošči, obenem pa ima nizko abrazivnost. Perlit se navadno uporablja v zobnih pastah s

siliko. Mikrogranule vsebujejo od 250 do 400 mikronov velike aglomerate, izdelane iz manjših delcev silike (5-10 mikronov). Aglomerati med ščetkanjem razpadejo z namenom, da pomagajo očistiti medzobne prostore (13, 14).

## 1.4 Metode za merjenje abrazivnosti

Za merjenje abrazivnosti zobnih past uporabljamo tako kvalitativne kot kvantitativne metode. Med kvantitativne spadajo: gravimetrične metode in uporaba radioaktivnih označevalcev. Med kvalitativne metode, ki ocenijo izgled površine po ščetkanju prištevamo: metode svetlobnega odboja in merjenje profila površine (15).

### 1.4.1 Uporaba radioaktivnih označevalcev

Najbolj pogosta metoda za določevanje abrazivnosti zobne paste je uporaba radioaktivnih označevalcev z vrednostjo RDA. To je kvantitativna tehnika, ki temelji na obsevanju dentina z nevtroni. Za pripravo radioaktivnih vzorcev dentina uporabimo stalne zobe oseb, mlajših od 40 let (9). Zob obsevamo z nevtroni, tako da se  $^{31}\text{P}$  izotop fosforja, prisoten v hidroksiapatitu, pretvori v radioaktiven  $^{32}\text{P}$  izotop. Zobne površine nato ščetkamo z električno krtačko pod standardnimi pogoji (čas ščetkanja, obremenjenost..). Z Geiger števcem izmerimo količino dentina, ki se je odstranila z zoba. To količino primerjamo z referenčno zobno pasto, v kateri je kalcijev fosfat kot abraziv. Abrazivna vrednost referenčne zobne paste je 100 in abrazivnost testirane zobne paste nato primerjamo z referenčno vrednostjo (9, 15).

Manjša kot je RDA-vrednost, manj abrazivna je zobna pasta in obratno, večja kot je – bolj abrazivna je zobna pasta (2).

RDA-lestvica se začne pri 0 in je neomejena. Ni pravil, ki bi določala standardne vrednosti abrazivov za zobne paste, vendar je razumljivo, da zobna pasta, ki doseže vrednost 200 ali več na tej lestvici, ni sprejemljiva za vsakodnevno uporabo.

Večina zobnih past, ki so trenutno na trgu v ZDA imajo vrednosti med 50 in 150. Vsaka zobna pasta, ki ima vrednost pod 250 se obravnava kot varna za uporabnika glede na American Dental Association (11).

Glede na International Standards Organisation (ISO) abrazivnost zobne paste ne sme preseči 2.5-kratne vrednosti referenčnega abraziva, oz. RDA-vrednost ne sme biti večja od 250 (14).

Postopki za ščetkanje so standardizirani, prav tako tudi uporabljene ščetke in pritisk, s katerim jih nanašamo na zobe (1). RDA-vrednost poda oceno koliko dentina se je

odstranilo. Ne meri hrapavosti površine. Le ta je povezana z razbarvanjem zoba in akumulacijo zobnega plaka. Na abrazivnost zobne paste vplivajo različni vplivi npr. tip abraziva, izvor abraziva, čistost, velikost, oblika in površina delcev, kemijska ali fizikalna obdelava delcev abraziva ter vpliv drugih sestavin zobne paste (3). Kemijsko različni tipi abrazivov imajo lahko drugačne čistilne in abrazivne sposobnosti in prav tako tudi kemijsko identični abrazivi, kot sta hidriran silicijev dioksid ali kalcijev karbonat (9, 15). Ker je metoda zahtevna in nevarna za zdravje, po navadi uporabljajo druge tehnike, obenem pa moramo za popolno oceno abrazivnosti zobne paste, kvantitativne metode dopolniti s kvalitativnimi, npr. z uporabo profilometra (9, 15).

### 1.4.2 Profilometrija

S profilometrijo vrednotimo količino dentina, ki se je odstranila z zoba. S profilometrom lahko izmerimo povprečno globino profila dentina in rezultat predstavimo kot odstotek (količina) abrazije apnenca, katerega vrednost je nastavljena na 100. Tako dobimo podatek, kakšna je površina zob po ščetkanju (15).

Kontaktna profilometrija poda natančen in ponovljiv rezultat v dvodimenzionalnem polju, medtem ko nekontaktna profilometrija poda rezultat kot tridimenzionalno sliko površine dentina in zagotavlja boljše informacije o spremembah površine (11).

Hrapavost zob pa ni povezana le z akumulacijo bakterij na površino zob, ampak tudi s sijajem, leskom zob in razbarvanjem zob, ki ga povzročajo npr. čaj, kava in kajenje (15).

### 1.5 Termična analiza

Termična analiza zajema skupino tehnik, s katerimi preučujemo lastnosti čiste snovi ali zmesi v odvisnosti od temperature. S termično analizo lahko določimo lastnosti kot so: čistota, temperatura tališča, temperatura steklastega prehoda, polimorfizem, fazni diagrami, interakcije med komponentami, termična stabilnost, analiza sestave, kinetika razgradnje (16). Pomembno je vedeti, da pogoji meritve vplivajo na same rezultate. Na začetku meritve določimo količino vzorca, hitrost segrevanja vzorca in atmosfero, v kateri se nahaja vzorec. Plini, ki jih uporabljamo se razlikujejo v inertnosti in oksidativnosti.

Po navadi uporabimo dušik ali kisik (17).

Poznamo različne tehnike termične analize, med katerimi so najbolj pogoste: DSC (angl. Differential Scanning Calorimetry), TGA (angl. Thermogravimetric Analysis) in DMA (angl. Dynamic-Mechanical Analysis) (16).

### 1.5.1 Termogravimetrična analiza

Termogravimetrična analiza (TGA) je metoda, ki preučuje spremembo mase vzorca v odvisnosti od temperature ali časa. Taljenje, kristalizacija in steklasti prehod so pojavi, ki nastanejo pod vplivom temperature, a pri le-teh ne pride so spremembe mase vzorca. Pri desorpciji, absorpciji, sublimaciji, izhlapevanju, oksidaciji, redukciji in razpadu snovi pa opazimo spremembe v masi vzorca. TGA metodo uporabljamo za preučevanje termične stabilnosti in razpada materialov pod različnimi pogoji in za preučevanje fizikalno-kemijskih procesov, ki se zgodijo med segrevanjem. Termogravimetrične krivulje so značilne za posamezno spojino, ker se fizikalno-kemijske spremembe zgodijo po značilnem zaporedju v odvisnosti od temperature. Krivulja nam poda informacije o sestavi vzorca.

Sprememba mase je odvisna od različnih pogojev, kot so: masa vzorca, volumen vzorca, oblika in narava nosilca za vzorec, tlak v celici, itd (18).

### 1.5.2 Opis naprave

Sestavni deli naprave so: občutljiva tehtnica, dobro izolirana peč, dovod plina, mikroprocesor oz. računalnik, ki obdeluje podatke in kontrolira spreminjanje temperature ter vhodne parametre.

Naprava omogoča spremljanje spremembe v masi vzorca od sobne temperature in vse do 1000°C. Preiskovani vzorec ima volumen do 900  $\mu\text{l}$ , ločljivost tehtnice pa je do 0.01  $\mu\text{g}$  (18, 19).

## 1.6 Vrstična elektronska mikroskopija

Vrstična elektronska mikroskopija je podvrsta elektronske mikroskopije, ki za preiskovanje površine vzorca uporablja fokusiran curek elektronov. Njene prednosti pred svetlobno mikroskopijo so visoka ločljivost, velika globinska ostrina (100-kratna) in večje povečave (več kot 100.000-kratne). Elektronska puška je vir elektronov, s katerimi preiskujemo površino vzorca. Na podlagi emisije elektronov lahko detektiramo elektronske in ftonske signale. Elektromagnetne leče zberejo izsevane elektrone v ozek snop, ki ga deflektor v vrsticah vodi po površini preparata. Različni detektorji zaznajo signale med elektroni in vzorcem in nam podajo informacijo o topografiji vzorca (sekundarni detektor), kristalni strukturi (detektor za povratno sipane eelektrone) in o kemijski sestavi (EDS detektor, angl. Energy Dispersive Spectroscopy). Glede na intenziteto emitiranih elektronov, na zaslonu računalnika dobimo svetlo sliko.



Vakuumska črpalka ustvarja vakuum, tako da elektroni lahko prosto potujejo iz elektronske puške na vzorec in nato do detektorja.

Vzorec mora biti prevoden, da preprečimo kopičenje naboja na površini vzorca. Po navadi vzorec napršimo s prevodno kovino, kot je ogljik ali zlato (20, 21).

## 2. NAMEN DELA

Na trgu obstaja veliko različnih blagovnih znamk zobnih past. Te se med sabo razlikujejo, glede na potrebe in želje potrošnikov. Tako poznamo zobne paste za otroke, zobne paste za občutljive zobe, zobne paste za beljenje zob, zobne paste za preprečevanje nastanka kariesa, itd. Vse našteje vsebujejo anorganske delce-abrazive, ki so odgovorni za čiščenje umazanije s površine zob.

Za preučevanje abrazivov, smo izbrali sedem različnih zobnih past, znamke Sensodyne. Za omenjeno znamko smo se odločili, saj po pregledu vsebovanih sestavin, njihova linija izdelkov vsebuje tudi kalcijev karbonat in ne samo najbolj poznanega abraziva-silicijevega dioksida.

Abrazive v zobnih pastah bomo najprej izolirali s filtracijo skozi filtrirni papir. S termogravimetrično analizo bomo določili vsebnost anorganskih delcev v zobni pasti. Posušene delce bomo analizirali z elektronskim mikroskopom, ter določili njihovo velikost in kemijsko sestavo ter za konec določili še reološke lastnosti zobnih past, ki vsebujejo različne abrazivne delce.

Hipoteze, ki jih želimo potrditi ali ovreči:

- Zobne paste za beljenje zob vsebujejo večjo količino abrazivov
- Zobne paste za občutljive zobe vsebujejo manjšo količino abrazivov

### 3. MATERIALI IN METODE

#### 3.1 Materiali

- Sensodyne CLASSIC, GlaxoSmithKline, Velika Britanija ,
- Sensodyne PRONAMEL, GlaxoSmithKline, Velika Britanija,
- Sensodyne REPAIR and PROTECT, GlaxoSmithKline, Velika Britanija,
- Sensodyne WHITENING, GlaxoSmithKline, Velika Britanija,
- Sensodyne RAPID, GlaxoSmithKline, Velika Britanija,
- Sensodyne COMPLETE PROTECTION, GlaxoSmithKline, Velika Britanija,
- Sensodyne REPAIR and PROTECT WHITENING, GlaxoSmithKline, Velika Britanija,
- Prečiščena voda pripravljena na UL- Fakulteta za farmacijo,
- Filtrirni papir Glassfibre prefilter 13400—25-----S, Sartorius, Nemčija,
- Filtrirni papir Sartorius stedim 388, Sartorius, Nemčija,
- Bučka za vakuumsko filtracijo,
- Büchnerjev lijak,
- 100 ml čaše,
- Nosilci za elektronski mikroskop,
- Dvostranski lepilni trak.

#### 3.2 Naprave

- Termogravimeter Mettler Toledo TGA/DSC1, STAR<sup>e</sup> System, ZDA,
- Vrstični elektronski mikroskop SEM Supra 35 VP, Carl Zeiss, Nemčija,
- Modularni reometer Anton Paar, Physica MCR 301, Avstrija,
- Ultrazvočna kopel SONIS 2, Iskra, Slovenija.

#### 3.3 Metode

Za testiranje abrazivov v zobnih pastah, smo izbrali sedem različnih zobnih past. Odločali smo se na podlagi raznolikosti abrazivov, ki jih vsebujejo. Izbrali smo blagovno znamko Sensodyne, ker vsebuje tudi kalcijev karbonat, ne le siliko. Vzorce smo izbrali v drogerijah, kjer so le-te na voljo.

Ugotovili smo, da imajo izbrane zobne paste zelo podobno sestavo.

Preglednica III: Pregled in vloga sestavin v izbranih zobnih pastah

Sestavine	Vloga sestavin	1	2	3	4	5	6	7
Voda	Topilo	X	X		X	X		
Glicerol	Vlažilo	X	X	X	X	X	X	X
Kalcijev karbonat	Abraziv	X						
Silicijev dioksid	Abraziv	X		X				X
Hidriran silicijev dioksid	Abraziv		X		X	X	X	
Sorbitol	Vlažilo, topilo	X	X		X	X		
PEG-6	Vlažilo		X		X			
PEG-8	Vlažilo			X			X	X
Stroncijev klorid heksahidrat	Nadomesti kalcij, naredi prepreko prek tubul v zobovini in prepreči pretok tekočine v tubulih, kar povzroča bolečino	X						
Kalijev nitrat	Zmanjšuje bolečino		X		X			
Kalcijev natrijev fosfosilikat (NOVAMIN)	Izločanje kalcija in fosfata in s tem remineralizacija, zmanjšanje bolečine			X			X	X
Stroncijev acetat	Lajša bolečino					X		
Hidroksietilceluloza	Zgoščevalo	X						
Ksantan gumi	Zgoščevalo		X		X	X		
Karbomer	Zgoščevalo			X			X	X
Natrijev metilkokoilaurat	Površinsko aktivna snov – penilec, čiščenje	X		X	X	X		
Kokamidopropil betain	Površinsko aktivna snov – čiščenje		X	X	X			
Natrijev lavrilsulfat	Površinsko aktivna snov – čiščenje						X	X
Natrijev monofluorofosfat	Antiplak delovanje			X			X	X
Natrijev fluorid	Antiplak delovanje		X		X	X		
PEG-40 Stearat	Površinsko aktivna snov – emulgator	X						
Aroma	Aroma	X	X	X	X	X	X	X
Natrijev saharin	Aroma, sladilo	X	X	X	X	X	X	X
Evgenol	Aroma						X	
Titanov dioksid	Pigment		X	X	X	X	X	X
Natrijev hidroksid	Pufer		X		X			
Pentanatrijev trifosfat	Pufer				X			
Natrijev propilparaben	Konzervans					X		
Natrijev metilparaben	Konzervans					X		
Limonen	Dišava	X	X	X		X	X	X
Anetol	Dišava		X					
CI 77891	Barvilo	X						
CI 45430	Barvilo	X						

#### Preglednica IV: Legenda

1	Sensodyne Classic	5	Sensodyne Rapid
2	Sensodyne Pronamel	6	Sensodyne Complete Protection
3	Sensodyne Repair and Protect	7	Sensodyne Repair and Protect Whitening
4	Sensodyne Whitening		

### 3.3.1 Izolacija abraziva od ostalih sestavin zobne paste

Majhno količino zobne paste smo dispergirali v vodi. Za pospešitev hitrosti raztapljanja, smo si pomagali s soniciranjem z ultrazvokom. To je metoda, s katero pomagamo večje agregate razbiti na manjše. Čašo z vzorcem smo postavili v ultrazvočno kadičko in sonicirali 2-3 min. Abrazive iz raztopljenih vzorcev zobnih past Sensodyne Pronamel, Repair and Protect, Whitening in Rapid smo uspešno izolirali z membransko filtracijo skozi filter s steklenimi vlakni (nem. glassfibre prefilter), pri ostalih pa se je filter zamašil, zato smo si pomagali z vakuumsko filtracijo. Raztopljene zobne paste smo filtrirali skozi filter Sartorius stedim 388, tako so na filtrirnem papirju ostali le delci abraziva. Na erlenmajerico smo privili Büchnerjev lijak in vanj položili filtrirni papir primerne oblike in velikosti. Bučka ima odprtino, kamor smo priključili vakuum. V omenjeni lijak smo zlili našo raztopino in vključili vakuum. Filtracija poteka na podlagi podtlaka, ki potiska raztopino skozi pore na filtrirnem papirju. Vakuum smo odklopili in nato odstranili filtrirni papir. Čez noč smo ga pustili v digestoriju, kjer se je posušil.

### 3.3.2 Termogravimetrija

Abrazive smo izolirali tudi s pomočjo termogravimetra. Pri tem postopku smo uporabili Termogravimeter Mettler Toledo TGA/DSC1, STAR<sup>e</sup> System, ki meri spremembo mase vzorca v odvisnosti od temperature ali časa. Lončke iz aluminijevega oksida smo pred začetkom meritve sprali s prečiščeno vodo in z izopropanolom ter jih prežarili nad plinskim gorilnikom. Najprej smo tehtnico starirali in nato v lonček nanесли med 70-120 mg vzorca. Vzorce smo segrevali od sobne temperature ~ 25°C in vse do 1000°C, s hitrostjo segrevanja 20°C/min v kisikovi atmosferi. Padec mase smo analizirali s programsko opremo STAR Software in nato izračunali kakšen delež celotne mase predstavlja abraziv.

### 3.3.3 Elektronska mikroskopija

Na kovinske nosilce smo najprej prilepili dvostranski lepilni trak iz ogljika in nanje nanegli delce abraziva. Slikali smo jih z vrstičnim elektronski mikroskopom SEM Supra 35 VP, s pospeševalno napetostjo 1,50 kV pri povečavah od 184-kratne do 1000-kratne.

### 3.3.4 Kemijska analiza

Kemijsko analizo vzorcev smo opravili s pomočjo energijske disperzijske spektroskopije (EDS). Metoda omogoča tako kvalitativno kot kvantitativno analizo vzorcev. Med obstreljevanjem vzorca s snopom elektronov, smo z EDS-detektorjem beležili emitirane rentgenske žarke, ki so značilni za posamezni element (22).

Uporabili smo vzorce za SEM-analizo in jih prekrili s tanko plastjo zlata.

### 3.3.5 Reometrija

Viskoznost zobnih past smo določili z modularnim reometrom Anton Paar, Physica MCR 301 s sistemom stožec-ploščica CP50-2. Premer stožca je 50 mm, kot  $2^\circ$ .

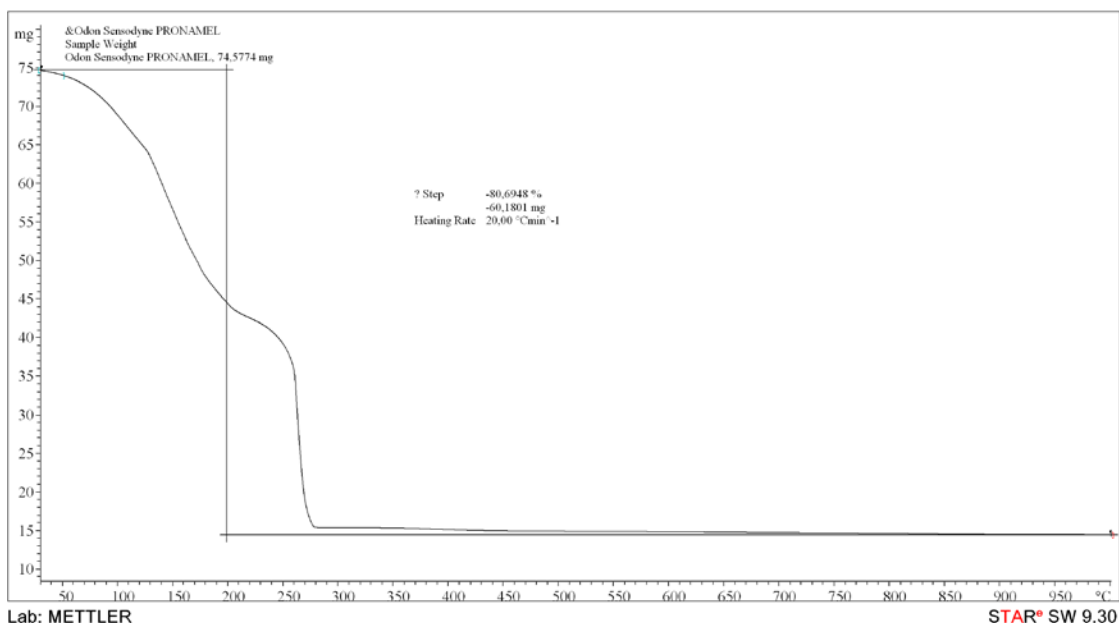
Vzorec smo postavili na spodnjo ploščico in nato stožec približali vzorcju na višino 0,209 mm. Odvečno zobno pasto, smo pazljivo odstranili s spatulo. Temperaturo smo nastavili na  $25^\circ\text{C}$ . Merili smo odvisnost viskoznosti od strižne hitrosti, z začetno strižno hitrostjo pri  $0,1\text{ s}^{-1}$  in končno hitrostjo pri  $1000\text{ s}^{-1}$ . Dolžino trajanja meritve v posamezni točki smo nastavili od 12 s v začetni točki in 5 s v končni točki. Nastavili smo logaritemsko razporeditev točk.

Naprava deluje tako, da se stožec vrti pod kotom  $2^\circ$  in vnaša strižno hitrost v vzorec, struktura le-tega se tako poruši. Plasti vzorca se začnejo paralelno gibati s strigom in bolj strukturiran vzorec se strigu bolj upira.

Zobne paste so plastični sistemi, zato smo jim določili tudi mejo plastičnosti, tako da smo merili odvisnost strižne napetosti od strižne hitrosti in določili točko, kjer krivulja seka os strižne napetosti. Za plastične sisteme je značilno, da se obnašajo kot trdna snov, če nanje delujemo s silo, ki je manjša od medmolekulskih povezav. Če pa je zunanja sila večja od le-teh, trdna snov steče. Temperaturo smo ponovno nastavili na  $25^\circ\text{C}$ . Merili smo odvisnost strižne napetosti od strižne hitrosti, z začetno strižno hitrostjo pri  $0,5\text{ s}^{-1}$  in končno hitrostjo pri  $500\text{ s}^{-1}$ .

## 4. REZULTATI IN RAZPRAVA

### 4.1 Termogravimetrija



Slika 1: Termogram vzorca Sensodyne Pronamel, graf odvisnosti mase [mg] od temperature [°C]

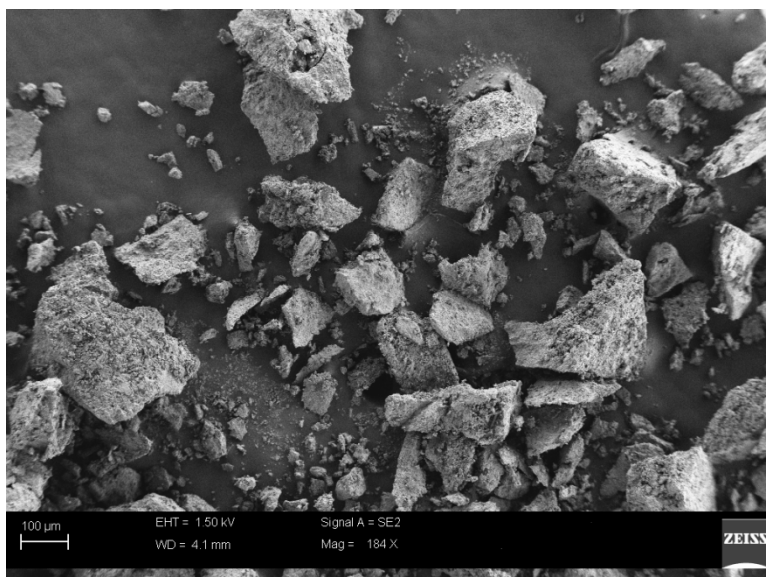
Slika 1 prikazuje padec mase zobne paste v miligramih. Oblika grafov je pri vseh zobnih pastah podobna, zato bomo predstavili le enega. Na začetku masa strmo pada, ko temperatura doseže med 250°C-350°C pada počasi. Največji padec mase opazimo pri zobni pasti Sensodyne Classic (-84,4 %). Zobna pasta vsebuje torej najmanjši delež anorganske snovi (15,6 %). Najmanjši padec mase je pri zobni pasti Sensodyne Whitening (-69,4 %), ki vsebuje največji delež anorganske snovi (30,6 %).

Deleži anorganske snovi se gibajo med 15,6 % in 30,6 %, kar vidimo v preglednici V. Kot smo omenili, Sensodyne Whitening vsebuje največji delež abrazivov, kar potrjuje našo hipotezo, da zobne paste za beljenje zob vsebujejo največji delež teh delcev. Ostale zobne paste imajo manjši delež abrazivov, saj so namenjene čiščenju občutljivih zob, tako lahko potrdimo tudi našo drugo hipotezo, tj. zobne paste za občutljive zobe vsebujejo manjši delež abrazivov.

Preglednica V: Delež anorganske snovi v zobnih pastah in padec mase v %

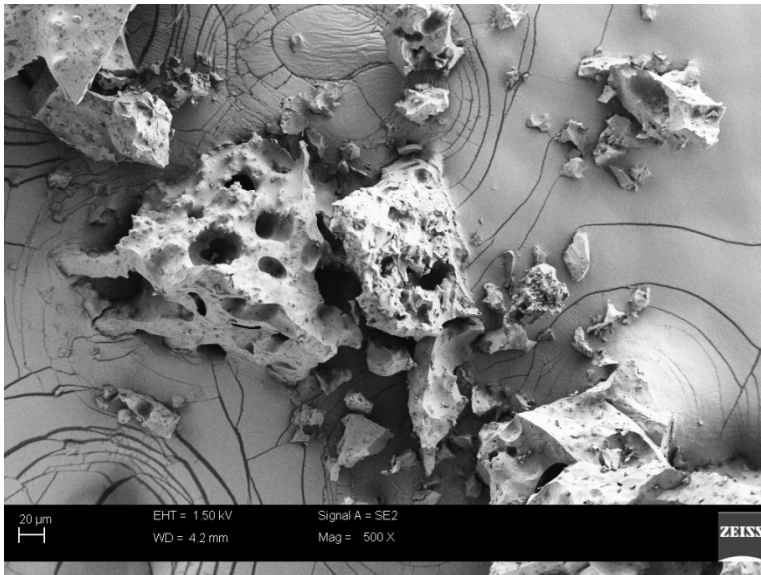
Zobna pasta	Delež anorganske snovi [%]	Padec mase [%]
Sensodyne Classic	15,6	-84,4
Sensodyne Pronamel	20,0	-80,0
Sensodyne Repair and Protect	16,2	-83,8
Sensodyne Whiteninig	30,6	-69,4
Sensodyne Rapid	25,1	-74,9
Sensodyne Complete Protection	19,7	-80,3
Sensodyne Repair and Protect Whitening	18,8	-81,2

## 4.2 Elektronska mikroskopija



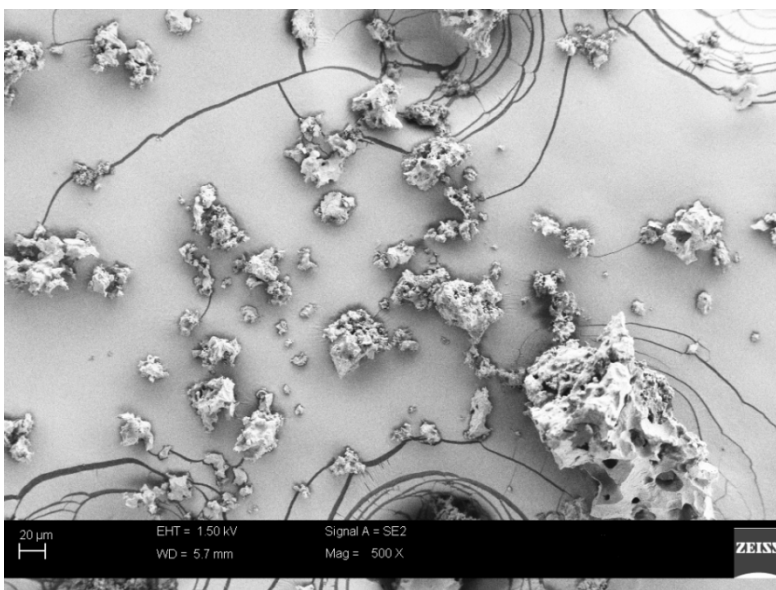
Slika 2: Delci zobne paste Sensodyne Classic, izolirani s TGA-metodo

Na sliki 2 večina delcev meri med 100 µm do 200 µm. Opazimo tudi manjše delce velikosti od 10-50µm. Delci nimajo gladke površine, so hrapavi. Imajo ostre robove. So nehomogeni po obliki in velikosti.



Slika 3: Delci zobne paste Sensodyne Classic, izolirani s filtracijo s topli

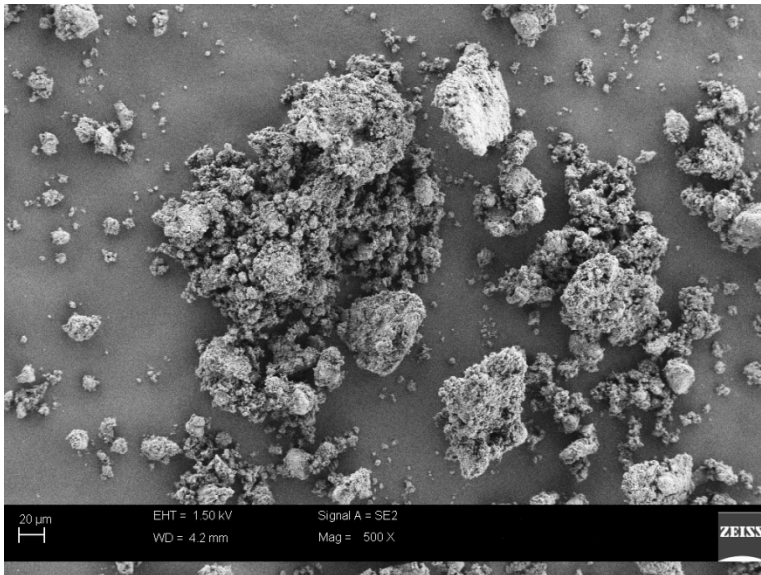
Delci na sliki 3 so veliki, merijo okoli 120 μm, imajo ostre robove in luknjice v svoji strukturi.



Slika 4: Delci zobne paste Sensodyne Pronamel, izolirani s TGA-metodo

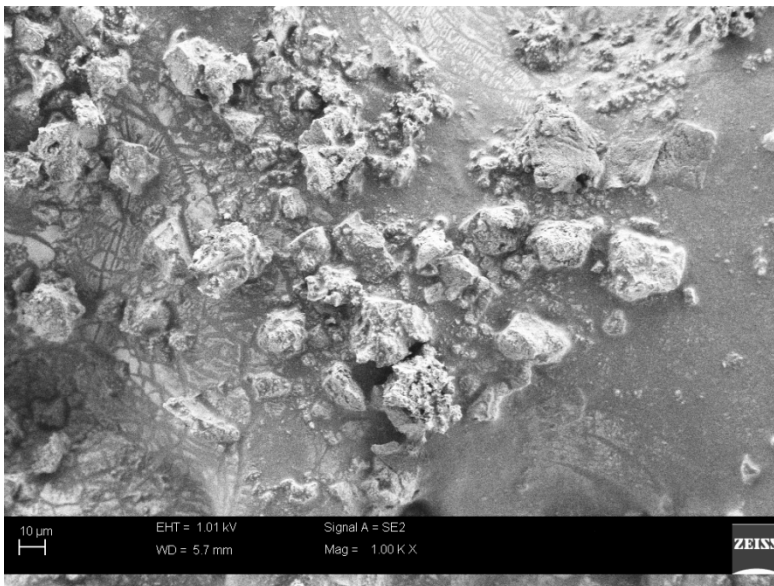
Na sliki 4 večino predstavljajo delci, veliki od 10-20 μm. Opazimo tudi večje aglomerate, v velikosti do 200 μm. Delci so hrapavi. Tvorijo aglomerate.





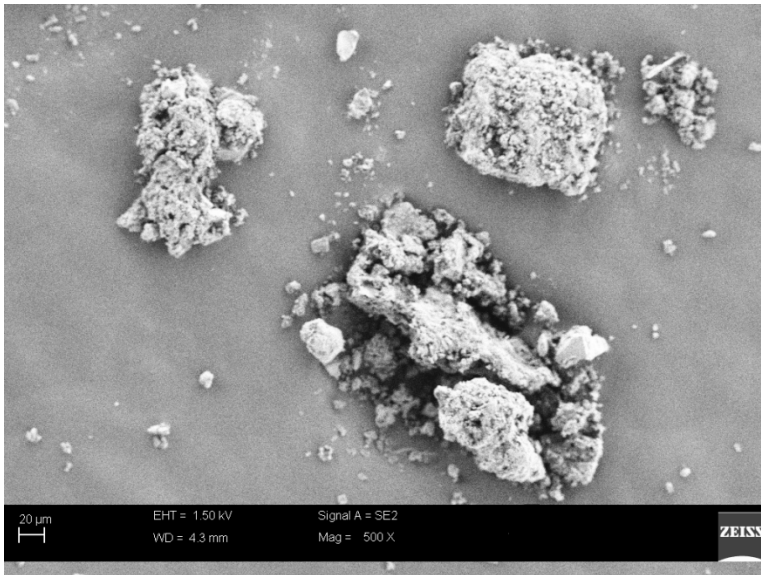
Slika 5: Delci zobne paste Sensodyne Pronamel, izolirani s filtracijo s topli

Na sliki 5 vidimo tako manjše in večje delce. Manjši, ki merijo od 10 do 20 µm se združujejo v večje, ki merijo vse do 180 µm. Njihova površina ni ravna, so hrapavi in nazobčani.



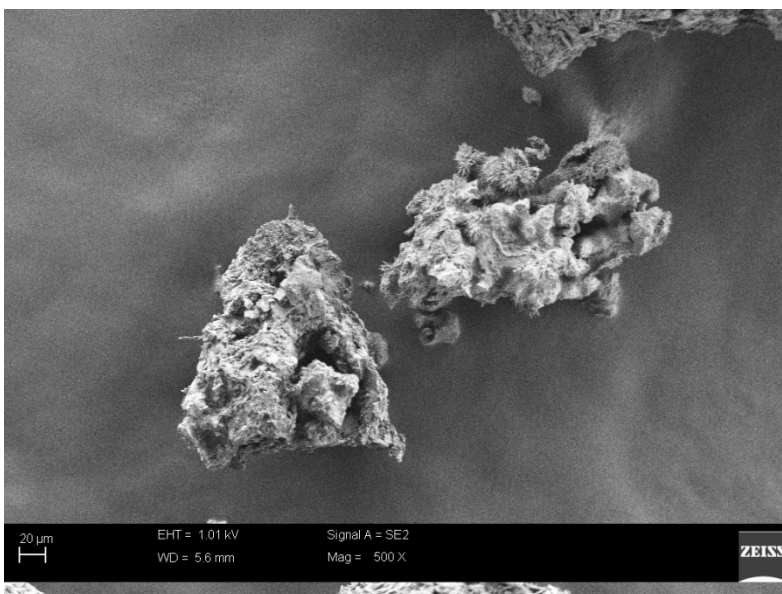
Slika 6: Delci zobne paste Sensodyne Repair and Protect, izolirani s TGA-metodo

Na sliki 6 meri večina delcev 20 µm. Delci so grobi, nazobčani in imajo ostre robove.



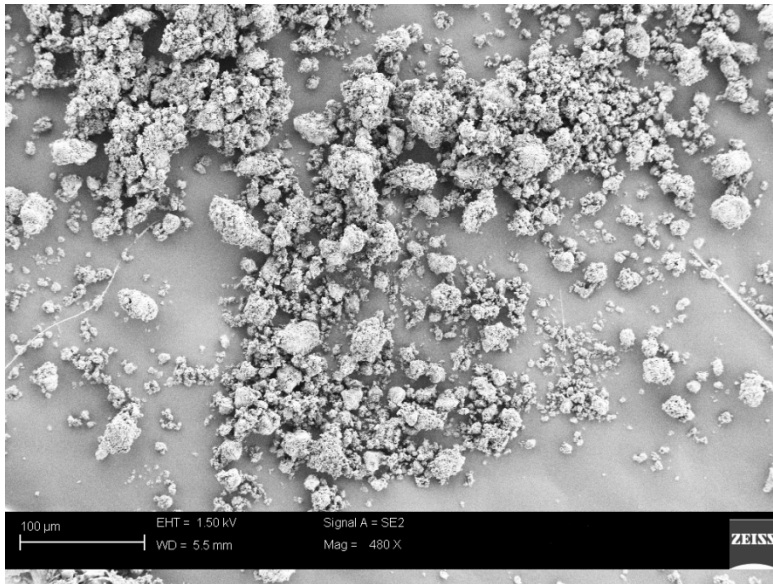
Slika 7: Delci zobne paste Sensodyne Repair and Protect, izolirani s filtracijo s topili

Na sliki 7 so večji delci kot na sliki 6 in merijo od 80 do 100 μm. Opazimo tudi manjše drobce, manjše od 10 μm. Delci so hrapavi.



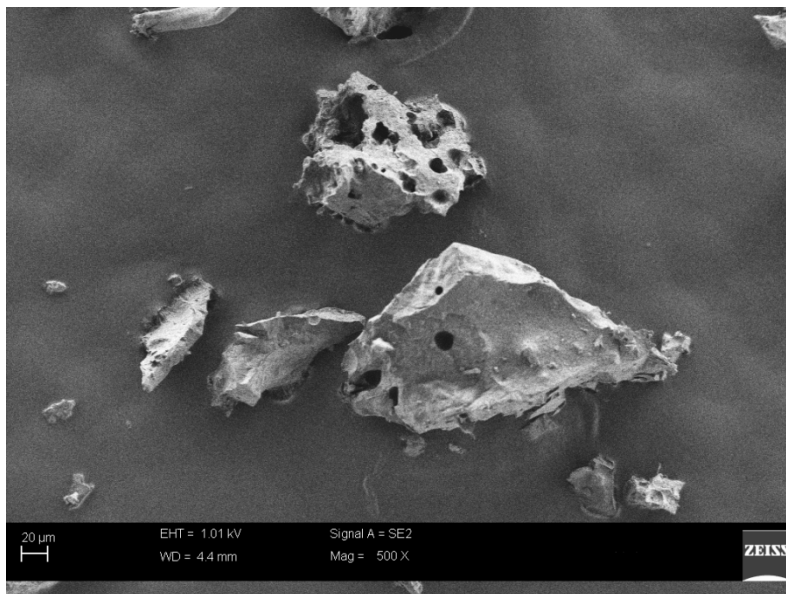
Slika 8: Delci zobne paste Sensodyne Whitening, izolirani s TGA-metodo

Delci na sliki 8 merijo približno 140 μm, so večji kot v večini prejšnjih vzorcev in prav tako imajo hrapavo površino in ostre robove.



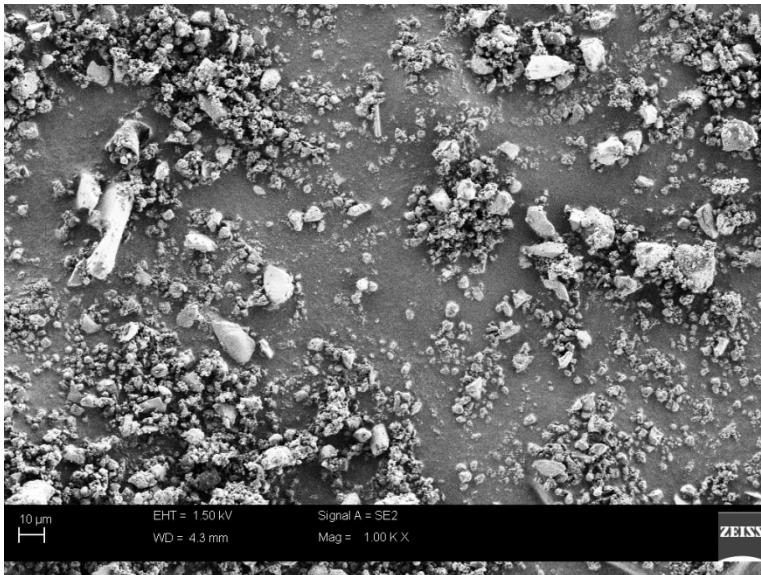
Slika 9: Delci zobne paste Sensodyne Whitening, izolirani s filtracijo s topili

Delci na sliki 9 so bistveno manjši kot na sliki 8 in merijo okoli 20 μm, imajo hrapavo površino in so nazobčani.



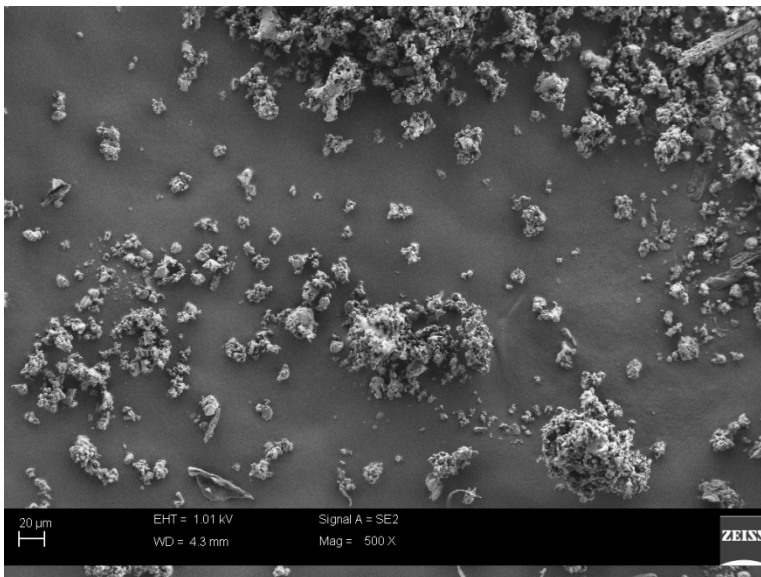
Slika 10: Delci zobne paste Sensodyne Rapid, izolirani s TGA-metodo

Manjši delci na sliki 10 merijo 60 μm, večji 140 μm. Njihova površina ni hrapava kot pri ostalih vzorcih, je gladka. Robovi so tudi tu nazobčani.



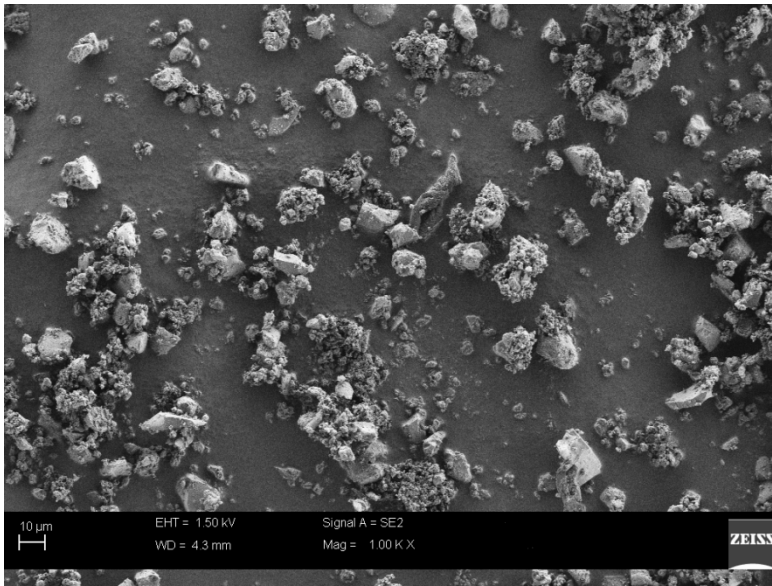
Slika 11: Delci zobne paste Sensodyne Rapid, izolirani s filtracijo s topli

Na sliki 11 večino predstavljajo delci, ki so manjši od  $10\ \mu\text{m}$ , opazimo tudi nekaj večjih, ki merijo od 20 do  $30\ \mu\text{m}$ . So bistveno manjši kot na sliki 10. Vsi omenjeni imajo nazobčane robove.



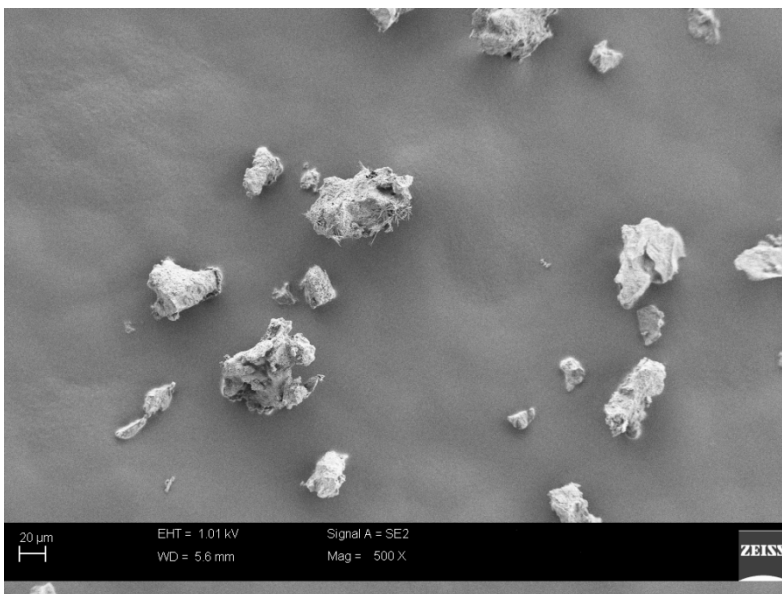
Slika 12: Delci zobne paste Sensodyne Complete Protection, izolirani s TGA-metodo

Na sliki 12 večino predstavljajo delci veliki  $10\ \mu\text{m}$ . Imajo hrapavo površino in so nazobčani.



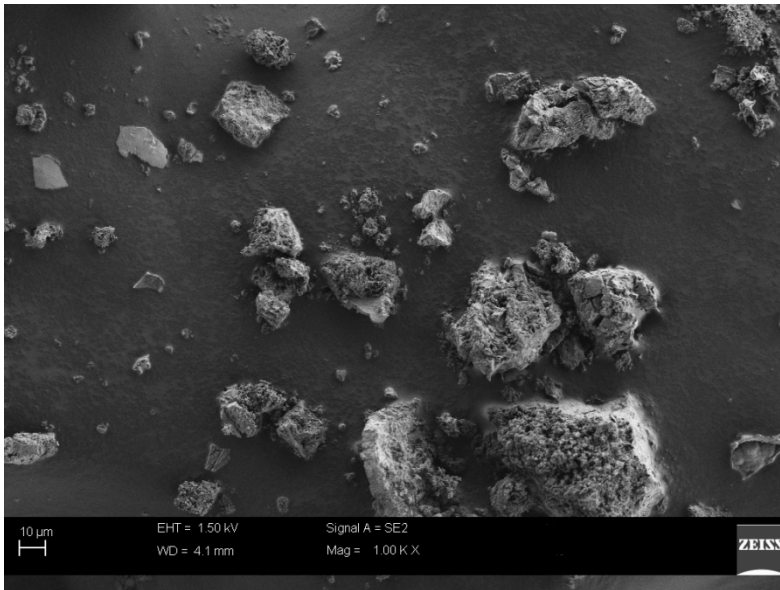
Slika 13: Delci zobne paste Sensodyne Complete Protection, izolirani s filtracijo s topili

Na sliki 13 so delci približno enako veliki kot na sliki 12, merijo 10  $\mu\text{m}$  in imajo ostre robove.



Slika 14: Delci zobne paste Sensodyne Repair and protect Whitening, izolirani s TGA-metodo

Delci na sliki 14 merijo od 20  $\mu\text{m}$  do 60  $\mu\text{m}$ . Imajo ostre robove.



Slika 15: Delci zobne paste Sensodyne Repair and protect Whitening, izolirani s filtracijo s topili

Delci na sliki 15 merijo od 20 do 100  $\mu\text{m}$ , opazimo tudi nekaj manjših. Imajo hrapavo površino, ostre robove in so nehomogeni po velikosti in obliki.

Če primerjamo velikosti abrazivov izolirane po obeh postopkih, opazimo da so pri zobni pasti Sensodyne Repair and Protect delci izolirani s TGA-metodo manjši (20  $\mu\text{m}$ ), kot delci izolirani s filtracijo s topili (80-100  $\mu\text{m}$ ). Pri zobni pasti Sensodyne Whitening so delci izolirani s TGA-metodo večji (140  $\mu\text{m}$ ), kot delci izolirani s filtracijo s topili (20  $\mu\text{m}$ ). Prav tako so delci izolirani s TGA-metodo večji pri zobni pasti Sensodyne Rapid (60-140  $\mu\text{m}$ ). Delci izolirani s filtracijo s topili pa merijo 10  $\mu\text{m}$ . Pri ostalih zobnih pastah so velikosti delcev približno enake.

Večinoma se v zobnih pastah velikosti abrazivov gibljejo med 4  $\mu\text{m}$  do 12  $\mu\text{m}$ , v nasprotnem primeru že poškodujejo sklenino (12). V našem primeru je verjetno prišlo do agregacije prašnih delcev, zato so le-te na slikah videti večji kot so. Zobne paste z delci velikimi od 50  $\mu\text{m}$  do 200  $\mu\text{m}$  bi bile neuporabne za čiščenje zob, saj bi preveč poškodovale sklenino. Če dobro pogledamo vse posnete fotografije, opazimo tudi delce, manjše od 10  $\mu\text{m}$  in predvidevamo lahko, da so tako veliki tudi prisotni v zobni pasti.

### 4.3 Kemijska analiza

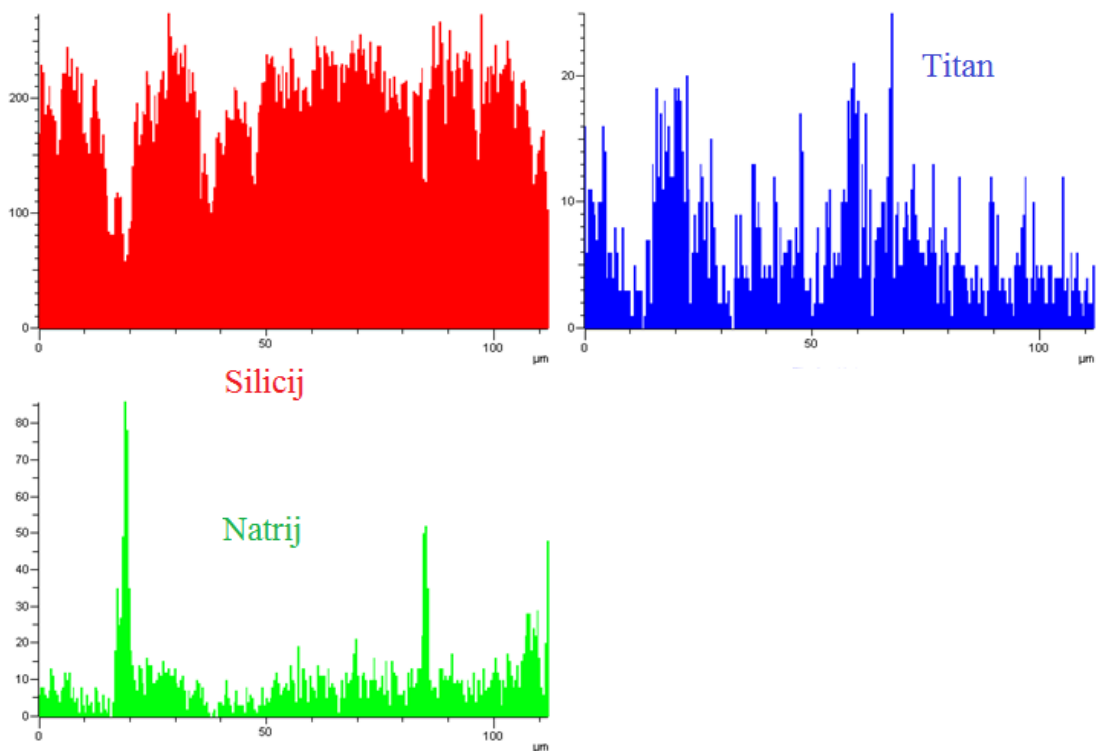
EDS-analiza je pokazala naslednje rezultate (Preglednica VI):

Preglednica VI: Elementna sestava sedmih zobnih past Sensodyne

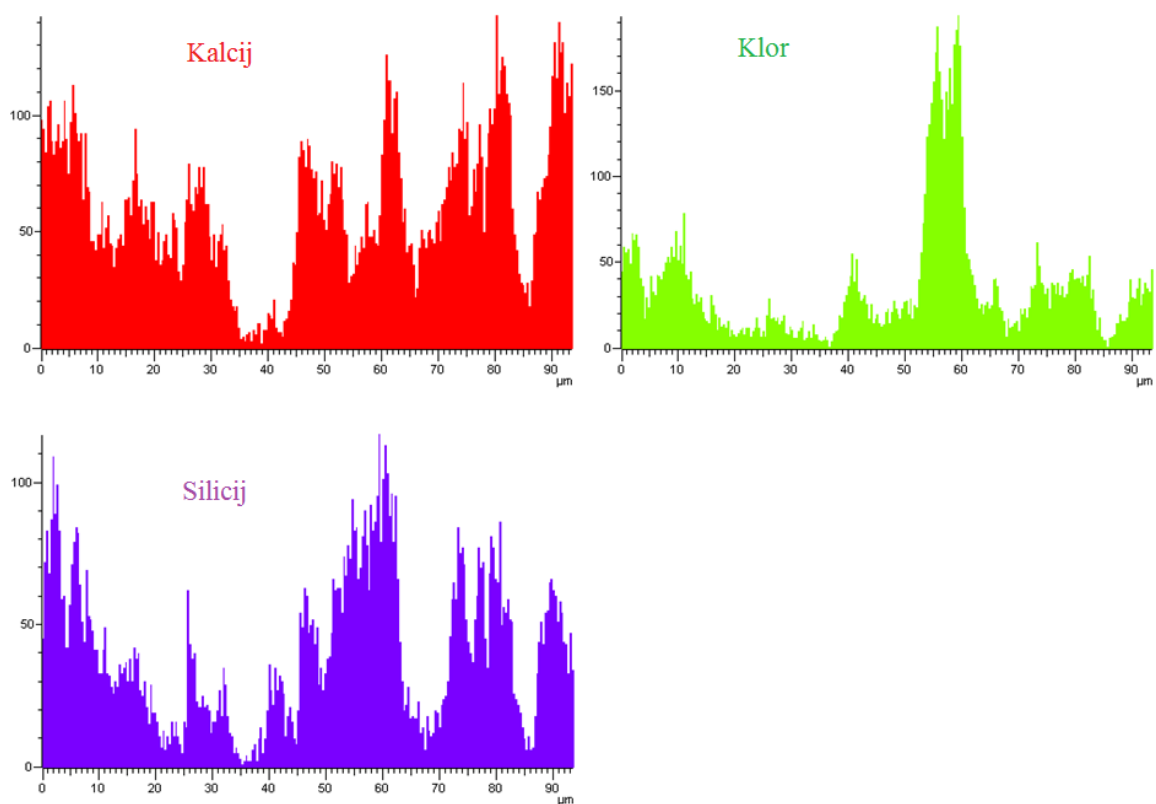
<b>Zobna pasta</b>	<b>Elementi razvrščeni po padajočem vrstnem redu</b>
Sensodyne Classic	Ca, Cl, Si
Sensodyne Pronamel	Si, K, Na, Ti
Sensodyne Repair and Protect	Si, Na, Ca, Ti
Sensodyne Whitening	Si, Na, P, K, Ti
Sensodyne Rapid	Si, Na, Ti
Sensodyne Complete Protection	Si, Na, Ca, Ti
Sensodyne Repair and Protect Whitening	Si, Na, Ca, Ti

Iz analize je razvidno, da je v zobni pasti Sensodyne Classic prisotnega največ kalcija (Ca) v obliki kalcijevega karbonata, ki je v omenjeni zobni pasti glavni abraziv, v ostalih zobnih pastah pa silicija (Si), v obliki silicijevega dioksida ali hidriranega silicijevega dioksida. Ostali elementi, kot so klor (Cl), natrij (Na), kalij (K), fosfor (P,) žveplo (S) in titan (Ti) so prisotni v obliki spojin, ki so skupaj z njihovo vlogo v zobnih pastah navedene v poglavju 3.3., v preglednici III.

Na sliki 16 je prikazana elementna sestava zobne paste Sensodyne Classic, na sliki 17 pa zobne paste Sensodyne Rapid. Relativna intenziteta je povezana s količino elementa v vzorcu. Večja je intenziteta, večja je vsebnost elementa v zobni pasti. Pri zobni pasti Sensodyne Classic je največ kalcija (Ca), pri Sensodyne Rapid pa silicija (Si).



Slika 16: Elementna sestava zobne paste Sensodyne Rapid, graf relativne intenzitete posameznega elementa [%] med premikanjem po dolžini preparata [ $\mu\text{m}$ ]

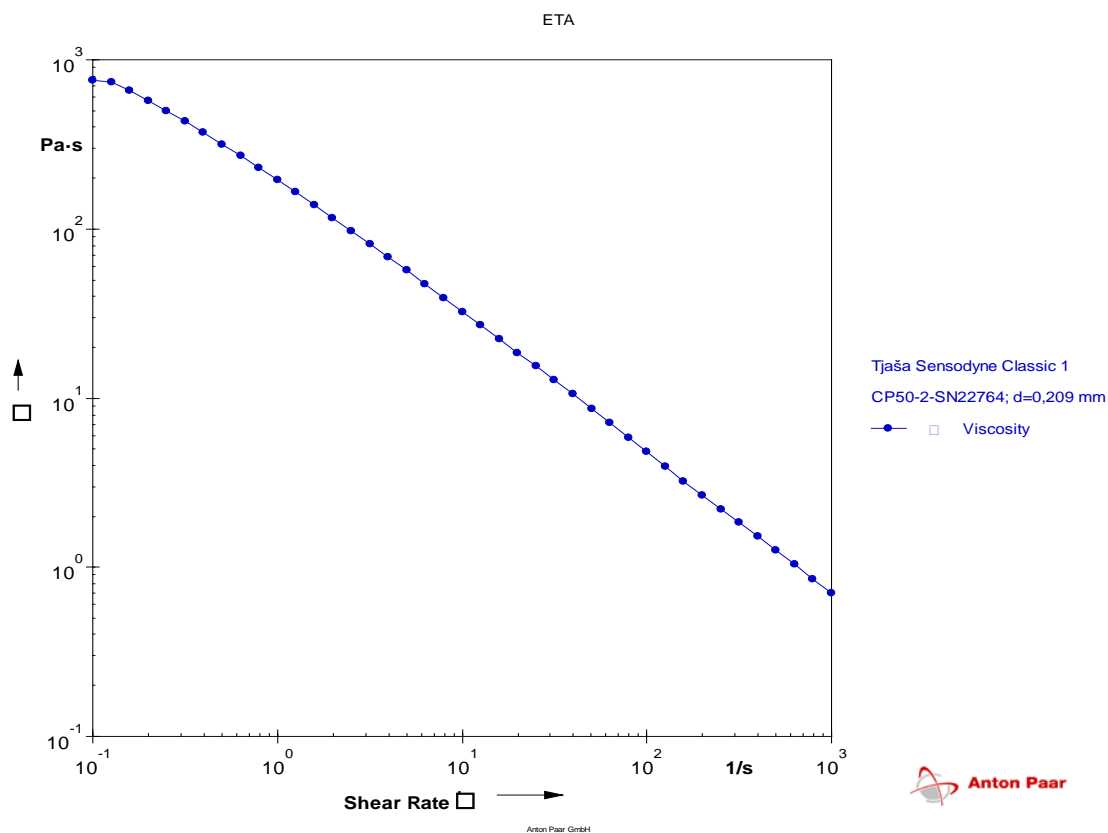


Slika 17: Elementna sestava zobne paste Sensodyne Classic, graf relativne intenzitete posameznega elementa [%] med premikanjem po dolžini preparata [ $\mu\text{m}$ ]



## 4.4 Reometrija

### 4.4.1 Viskoznost



Slika 18: Zobna pasta Sensodyne Classic, graf odvisnosti viskoznosti [Pas] od strižne hitrosti [ $s^{-1}$ ]

Slika 18 prikazuje linearni padec viskoznosti s povečevanjem strižne hitrosti. Oblika grafov je podobna pri vseh zobnih pastah, zato bomo predstavili le enega.

Preglednica VII: Viskoznost zobnih past pri strižnih hitrostih  $10^{-1} s^{-1}$  in  $10^3 s^{-1}$  oz.  $10^1 s^{-1}$

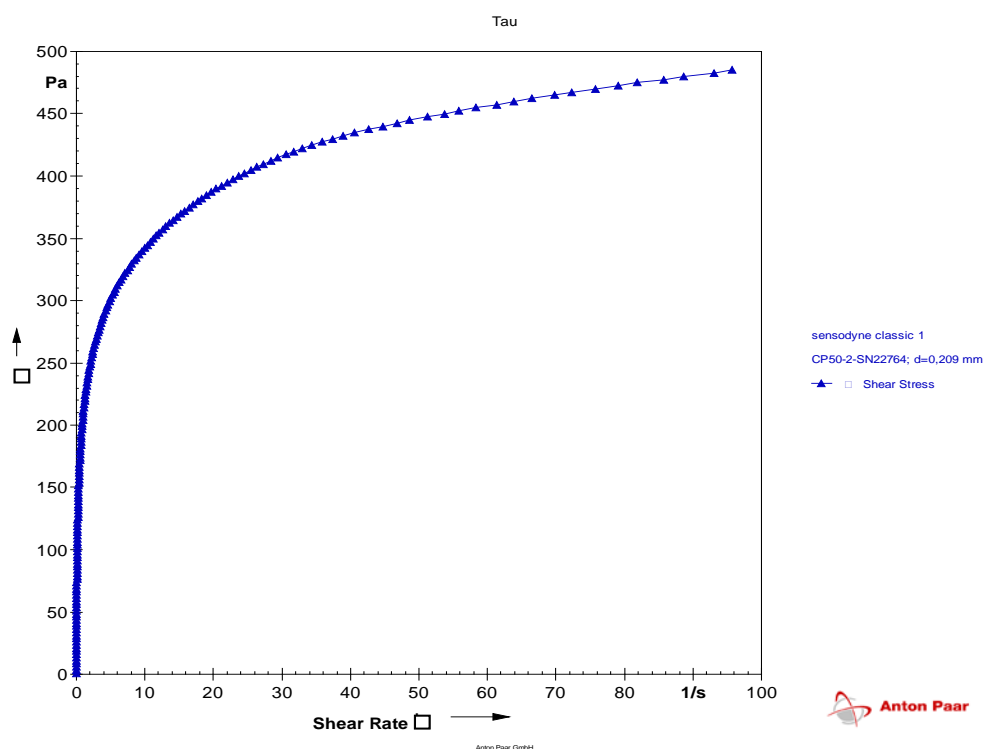
Zobna pasta	$10^{-1} s^{-1}$	$10^3 s^{-1}$	$10^1 s^{-1}$
Sensodyne Classic	757,2 Pas	0,7 Pas	27,1 Pas
Sensodyne Pronamel	596,4 Pas		15,3 Pas
Sensodyne Repair and Protect	671,8 Pas		26,2 Pas
Sensodyne Whitening	642,8 Pas		19,0 Pas
Sensodyne Rapid	791,1 Pas		22,0Pas
Sensodyne Complete Protection	1426,6 Pas		72,5 Pas
Sensodyne Repair and Protect Whitening	2083,4 Pas		66,7 Pas

Le pri zobni pasti Sensodyne Classic smo uspeli dobiti vrednost viskoznosti pri  $10^3 s^{-1}$ , pri ostalih zobnih pastah se je vzorec med meritvijo razlezel izven merilnega telesca stožec-

ploščica, tako da smo upoštevali vrednost viskoznosti v točki  $10^1 \text{ s}^{-1}$  tj. tik preden se je vzorec razlezel.

Z merjenjem viskoznosti smo ugotovili, da je zobna pasta Sensodyne Repair and Protect Whitening najbolj viskozna ( $2083,4 \text{ Pas pri } 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ). Sledi ji Sensodyne Complete Protection ( $1426,6 \text{ Pas pri } 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ). Najmanj viskozna je zobna pasta Sensodyne Pronamel ( $596,4 \text{ Pas pri } 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ). S povečevanjem strižne hitrosti (tj. pri  $10^1 \text{ s}^{-1}$ ) opazimo, da se viskoznost pri Sensodyne Complete protection zmanjša le do  $72,5 \text{ Pas}$ , viskoznosti pri Sensodyne Repair and Protect pa do  $66,7 \text{ Pas}$ , torej je slednja pri omenjeni obremenitvi manj viskozna. Sensodyne Pronamel je tudi pri večji obremenitvi najmanj viskozna ( $15,3 \text{ Pas pri } 10^1 \text{ s}^{-1}$ ). Delež abrazivov ne vpliva na rezultate viskoznosti, saj ima Sensodyne Classic največjo vsebnost abrazivnih delcev, najbolj viskozna zobna pasta pa je Sensodyne Repair and Protect Whitening. Na viskoznost zobnih past vplivajo v njih prisotna zgoščevala – karbomer, ksantan gumi in hidroksietilceluloza.

#### 4.4.2 Meja plastičnosti



Slika 19: Zobna pasta Sensodyne Classic, graf odvisnosti strižne napetosti [Pa] od strižne hitrosti [ $\text{s}^{-1}$ ] -meja plastičnosti

Graf je pri vseh zobnih pastah podobne oblike, zato bomo predstavili le enega. Da zobna pasta steče, je potrebna določena strižna napetost, zato se krivulja ne začne v točki 0, ampak šele pri  $179,0 \text{ Pa}$ , ko so zunanje sile večje od intermolekularnih sil v vzorcu.

Iz preglednice XIII je razvidno, da ima največjo mejo plastičnosti zobna pasta Sensodyne Pronamel (206,6 Pa).

Preglednica VIII: Meja plastičnosti zobnih past

<b>Zobna pasta</b>	<b>Meja plastičnosti [Pa]</b>
Sensodyne Classic	179,0
Sensodyne Pronamel	206,6
Sensodyne Repair and Protect	71,2
Sensodyne Whitening	136,4
Sensodyne Rapid	199,1
Sensodyne Complete Protection	93,8
Sensodyne Repair and Protect Whitening	128,9

## 5. SKLEP

Danes imamo na voljo veliko različnih zobnih past. V diplomski nalogi smo izbrali sedem različnih zobnih past Sensodyne, z namenom, da bi preučevali njihove abrazivne delce. Leti so odgovorni za čiščenje zob.

Delce smo izolirali s filtracijo s topili in s TGA-metodo. Rezultate termogravimetrije smo podali kot graf, ki prikazuje padec mase izbranih vzorcev. Deleži snovi se gibajo med 15,6 % in 30,6 %. Ugotovili smo, da zobna pasta Sensodyne Classic vsebuje najmanjši delež anorganske snovi (15,6 %). Najmanjši padec mase je pri pasti Sensodyne Whitening (-69,4 %), ki vsebuje največji delež anorganske snovi (30,6 %). Z dobljenimi rezultati smo potrdili naši dve hipotezi, da zobna pasta za beljenje zob vsebuje največjo količino abrazivov in da zobne paste za občutljive zobe vsebujejo manjšo količino le-teh.

Delce smo preučevali tudi s SEM-mikroskopom. Abrazive smo slikali pod različnimi povečavami, tj. od 184-kratne do 1000-kratne. Njihova velikost se giba od 10  $\mu\text{m}$  do 200  $\mu\text{m}$ , kar je neustrezno za uporabo. Dobljen rezultat prepisujemo agregaciji delcev.

Sklepamo lahko, da je dejanska velikost delcev manjša ali enaka 10  $\mu\text{m}$ , saj na slikah opazimo tudi zelo majhne delce. Če primerjamo velikosti abrazivov izolirane po obeh postopkih, opazimo da so pri zobni pasti Sensodyne Repair and Protect delci izolirani s TGA-metodo manjši (20  $\mu\text{m}$ ), kot delci izolirani s filtracijo s topili (80-100  $\mu\text{m}$ ). Pri zobni pasti Sensodyne Whitening so delci izolirani s TGA-metodo večji (140  $\mu\text{m}$ ), kot delci izolirani s filtracijo s topili (20  $\mu\text{m}$ ). Prav tako so delci izolirani s TGA-metodo večji pri zobni pasti Sensodyne Rapid (60-140  $\mu\text{m}$ ). Delci izolirani s filtracijo s topili pa merijo 10  $\mu\text{m}$ . Pri ostalih zobnih pastah so velikosti delcev približno enake. Vsi delci imajo hrapavo površino, ostre robove in so nehomogeni po velikosti in obliki.

Kemijska analiza je pokazala, da je v zobni pasti Sensodyne Classic največ kalcija (Ca), ki je prisoten v obliki kalcijevega karbonata, v ostalih zobnih pastah pa silicija (Si) v obliki silicijevega dioksida ali hidriranega silicijevega dioksida. Ostali prisotni elementi so še klor (Cl), natrij (Na), kalij (K), fosfor (P), žveplo (S) in titan (Ti).

Nato smo merili odvisnost viskoznosti od strižne hitrosti, z začetno strižno hitrostjo pri  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  in končno hitrostjo pri  $10^1 \text{ s}^{-1}$ . Zobna pasta Sensodyne Repair and Protect Whitening se je izkazala za najbolj viskozno (2083,4 Pas pri  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ). Sledi ji Sensodyne Complete Protection (1426,6 Pas pri  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ). Najmanj viskozna je zobna pasta Sensodyne Pronamel (596,4 Pas pri  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ). A delež abrazivov ne vpliva na rezultate viskoznosti, na viskoznost

zobnih past vplivajo v njih prisotna zgoščevala – karbomer, ksantan gumi in hidroksietilceluloza.

Zobnim pastam smo določili tudi mejo plastičnosti, z merjenjem odvisnosti strižne napetosti od strižne hitrosti, z začetno strižno hitrostjo pri  $0,5 \text{ s}^{-1}$  in končno hitrostjo pri  $500 \text{ s}^{-1}$ . Največjo mejo plastičnosti ima Sensodyne Pronamel (206,6 Pa).

## 6. LITERATURA

- Schmalz G., Arenholt-Bindslev D.: Biocompatibility of Dental Materials, Springer Berlin Heidelberg, 2009:271-277 **(1)**
- Strassler H. E., Toothpaste Ingredients Make a Difference: Patient-specific Recommendations, Benco Dental, 2009:101-106 **(2)**
- Toothpaste formulation, JADA, Vol.132, 2001:1147 **(3)**
- Siqueira W.L., Helmerhorst E.J., Zhang W., Salih E., Oppenheim F.G., Acquired enamel pellicle and its potential role in oral diagnostics, Annals of the New York Academy of Sciences, Vol. 1098, 2007:504 **(4)**
- Dawson P.L., Walsh J.E., Morrison T., Grigor J., Dental stain prevention by abrasive toothpastes: A new in vitro test and its correlation with clinical observations, J. Cosmet. Sci, Vol. 49, 1998:275-276 **(5)**
- Gingivitis, MedlinePlus: <http://www.nlm.nih.gov/medlineplus/ency/article/001056.htm>, zadnjič dostopano 26.5.2015 **(6)**
- Seneviratne C.J., Zhang C.F., Samaranayake L.P., Dental plaque biofilm in oral health and disease, Chinese Journal of Dental Research, Vol. 14(2), 2011:87 **(7)**
- Lynch R.J.M., Ten Cate J.M., The anti-caries efficacy of calcium carbonate-based fluoride toothpastes, International Dental Journal, Vol. 55, 2005:175-176 **(8)**
- Pascaretti-Grizon F., Mabillean G., Chappard D., Abrasion of 6 dentifrices measured by vertical scanning interference microscopy, Journal of Applied Oral Science, Vol. 21(5), 2013:475-481 **(9)**
- De Oliveira G.J.P.L., De Aveiro J.M., Pavone C., Marcantonio R.A.C., Influence of different toothpaste abrasives on the bristle end-rounding quality of toothbrushes, Interational Journal od Dental Hygiene, Vol. 13, 2005:18-19 **(10)**

- Macdonald E., North A., Maggio B., Sufi F., Mason S., Moore C., Addy M., West N.X., Clinical study investigating abrasive effects on three toothpastes and water in an in situ model, *Journal of Dentistry*, Vol. 38, 2010:509-514 **(11)**
  
- Planinšič G., Explore your toothpaste, *Physics Education*, Vol. 41(4), 2006:313 **(12)**
  
- Matheson J.R., Cox T.F., Baylor N., Joiner A., Patil R., Karad V., Ketkar V., Bijlani N.S., Effect of toothpaste with natural calcium carbonate/perlite on extrinsic tooth stain, *International Dental Journal*, Vol. 54, 2004, 321-322 **(13)**
  
- Joiner A., Review of the extrinsic stain removal and enamel/dentine abrasion by a calcium carbonate and perlite containing whitening toothpaste, *International Dental Journal*, Vol. 56, 2006, 175-176 **(14)**
  
- Liljeborg A., Tellefsen G., Johannsen G., The use of a profilometer for both quantitative and qualitative measurements of toothpaste abrasivity, *International Journal of Dental Hygiene*, Vol. 8, 2010:237-242 **(15)**
  
- Foods and Cosmetic Industries, Netzsch: [http://www.netzsch-thermal-analysis.com/us/industries-branches/foods-cosmetic.html?tx\\_solr\[page\]=2&tx\\_solr\[filter\]\[0\]=industryCategory%3AFoods%20%26%20Cosmetic](http://www.netzsch-thermal-analysis.com/us/industries-branches/foods-cosmetic.html?tx_solr[page]=2&tx_solr[filter][0]=industryCategory%3AFoods%20%26%20Cosmetic), zadnjič dostopano 29.6.2015 **(16)**
  
- Masuda Y., Celiz L.L., Technical know-how in thermal analysis measurement- Thermal analysis under water vapor atmosphere-, *The Rigaku Journal*, Vol 26, 2010:24 **(17)**
  
- Dos Santos W.J., *Materials Characterization Techniques: Applications and Features*, Scientia Plena, Vol 5, 2009:3 **(18)**
  
- Termogravimeter: <http://www.ffa.uni-lj.si/fileadmin/datoteke/FT/Oprema/TGA.pdf>, zadnjič dostopano 8.6.2015 **(19)**
  
- Swap S., Scanning electron microscopy (SEM): [http://serc.carleton.edu/research\\_education/geochemsheets/techniques/SEM.html](http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html), zadnjič dostopano 8.6.2015 **(20)**

- Scanning electron microscopy (SEM):<http://www.mee-inc.com/hamm/scanning-electron-microscopy-sem/>, zadnjič dostopano 8.6.2015 **(21)**

- Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), Geochemical Instrumentation and Analysis: [http://serc.carleton.edu/research\\_education/geochemsheets/eds.html](http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/eds.html), zadnjič dostopano 29.7.2015 **(22)**

-A. Winston, A. Ansaldi, N. Usen, Sodium bicarbonate containing toothpowder. United States patent, Patent number: 4,547,362, date of patent: Oct. 15, 1985 **(23)**