



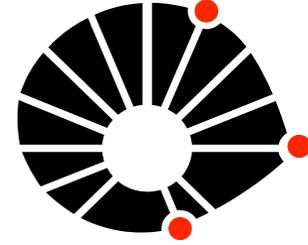
ATELIER NATIONAL DE PROMOTION DE L'ACCES AU
FLUOR

POUR LA PREVENTION DE LA CARIE DENTAIRE

A MADAGASCAR :

Dentifrice fluoré et sel iodé et fluoré

13 au 16 juin 2017



UNICAMP

Résultats de l'analyse des dentifrices fluorés à Madagascar et les implications

JAIME A CURY

jcury@unicamp.br

ECOLE DENTAIRE DE PIRACICABA

UNIVERSITÉ DE CAMPINAS

Piracicaba, SP, Brazil

CONTOUR

1- Introduction - Rôles de dentifrice

2-COMPOSITION DE TOOTHPASTE

- a) Effets abrasifs - **Ca**
- b) Substances thérapeutiques - **Fluorures**

3-DÉFINITION DES TERMES

- a) Fluorure totale
- b) Fluorure totale soluble chimiquement
- c) Fluorure insoluble
- d) Fluorure biodisponible

4- DÉTERMINATION DU FLUORURE DANS LES DENTIFRICES VENDUES À **MADAGASCAR**

- A) Méthode d'analyse
- B) Résultats des analyses faites en 11/**2015** et 06/**2016**
- C) Conclusions: **Spécifique** concernant les **résultats trouvés**

5- CONCLUSIONS: Général (recommandations mondiales) Expérience **brésilienne** de 36 ans)

Dentifrices (pâte, gele, etc)



≠ **COSMETIQUE** = Nettoyage & Polissage & **Bonne halleine**

≠ **SANTÉ** = Antiplaque (gingivitis), **Anticarie**

Toothpaste Composition

1-9

1. Abrasifs:

- **Calcium** carbonate (CaCO_3)
- Silica hydrated (SiO_2)
- **Dicalcium** phosphate ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- d'autres ont été utilisés dans le passé

ATTENTION

Fuoride ion (F^-) interagit avec **Ca**, perd son activité chimique et, par conséquent, le dentifrice a **réduit les propriétés thérapeutiques et les risques**

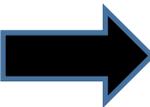
Toothpaste Composition

9. Preventifs/Thérapeutiques componentes

- Triclosan/Gantrez

- Sn⁺⁺

- Chlorhexidine

 - **FLUORURES** (NaF, MFP, SnF₂, AmineF)

DIFFERENCE CHIMIQUE DES **FLUORURES** UTILISES DANS LES DENTIFRICES

Les sels NaF, SnF₂ et AmineF génèrent dans le dentifrice l'**ion fluorure** (F⁻)

MFP génère l'**ion MFP** (FPO₃)²⁻ non F⁻, mais ...

Table 9-1. Early NaF Dentifrice Clinical Studies

Study	Abrasive System	Result
Bibby (1945) ¹	CaHPO ₄	Not Significant
Bibby & Wellock (1948) ²	CaHPO ₄	Not Significant
Wellock & Bibby (1949) ³	CaHPO ₄	Not Significant
Winkler et al. (1953) ⁴	CaCO ₃	Not Significant
Muhler et al. (1955) ⁵	Ca ₂ P ₂ O ₇	Not Significant
Muhler (1957) ⁶	Ca ₂ P ₂ O ₇	Not Significant
Kyes et al. (1961) ⁷	(NaPO ₃) _x /CaHPO ₄	Not Significant
Brudevold & Chilton (1966) ⁸	CaHPO ₄	Not Significant

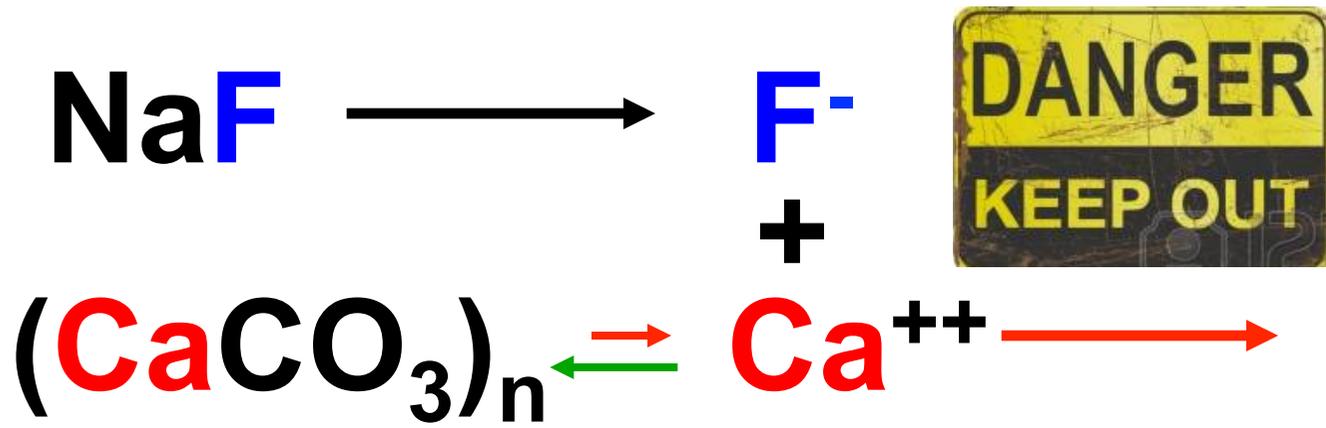
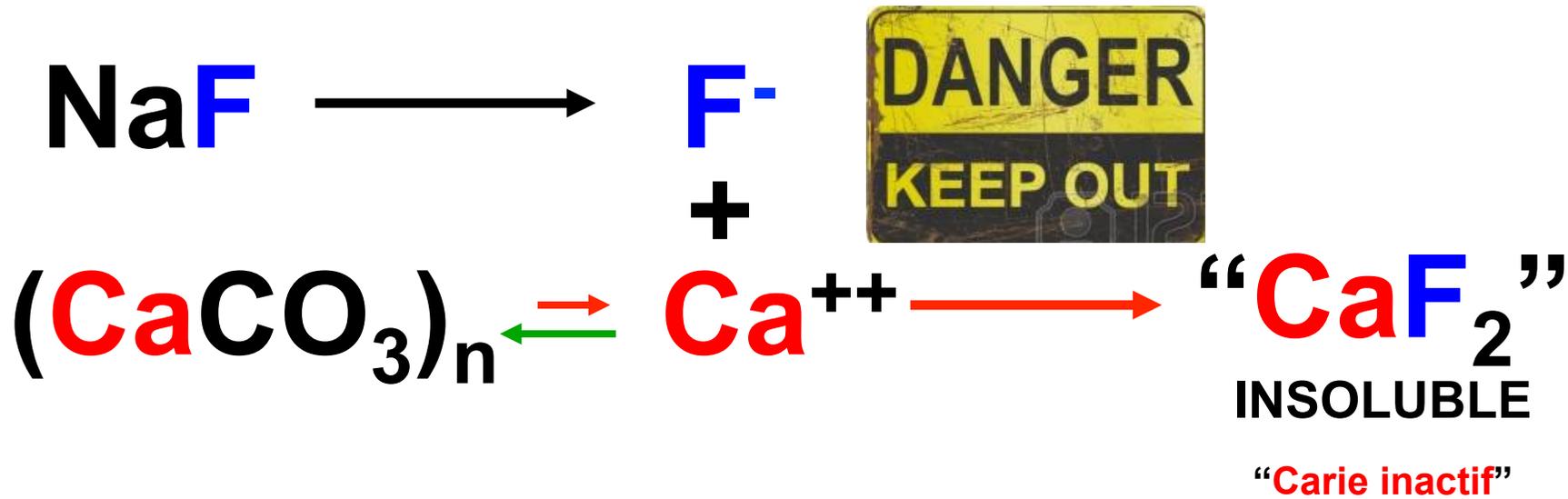
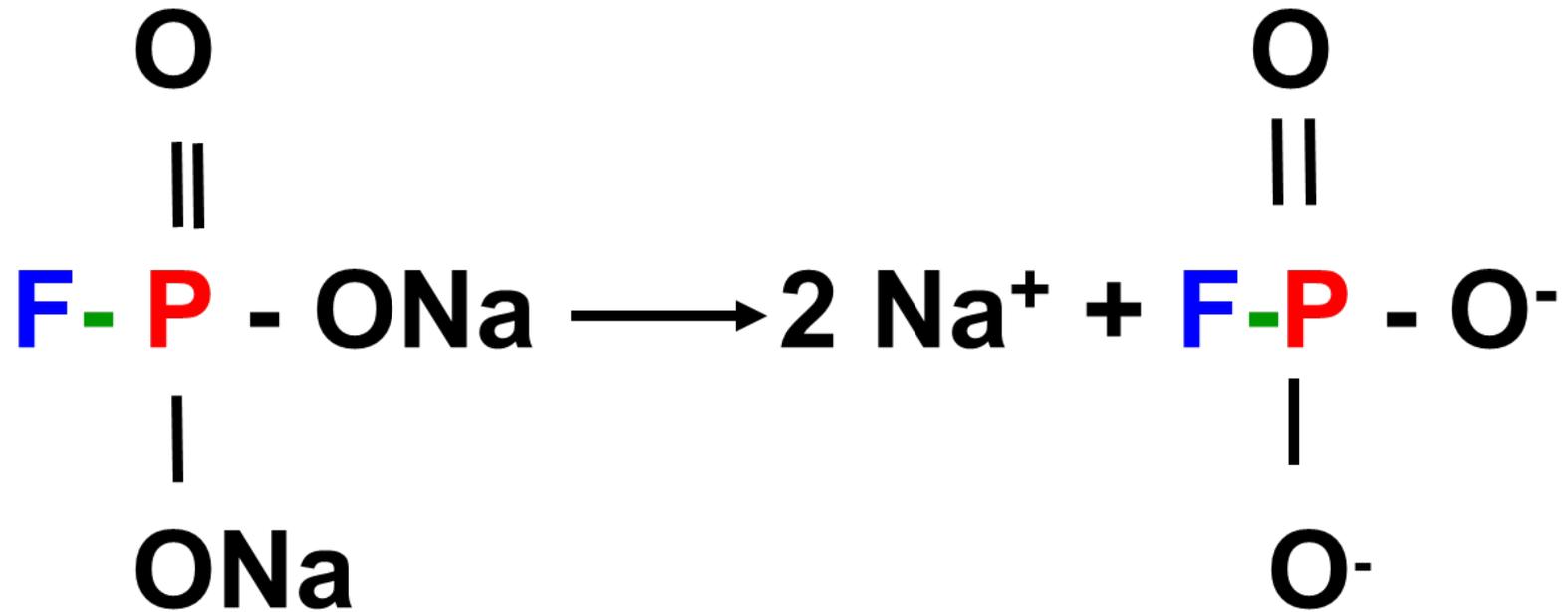


Table 9-1. Early NaF Dentifrice Clinical Studies

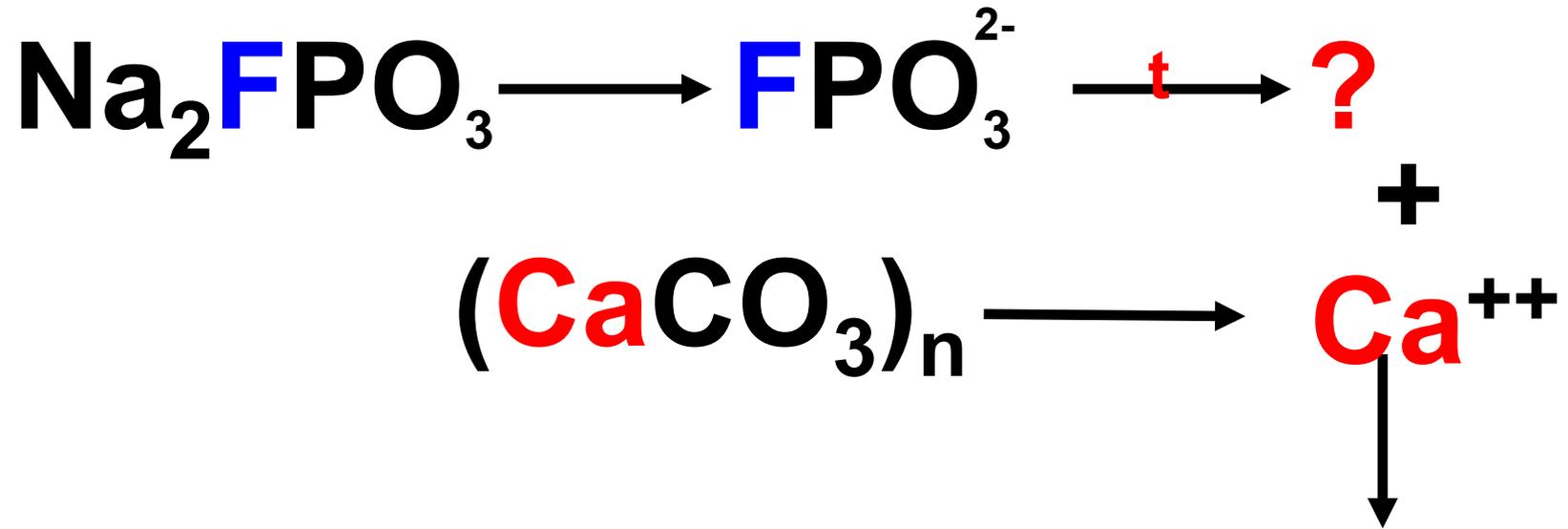
Study	Abrasive System	Result
Bibby (1945) ¹	CaHPO ₄	Not Significant
Bibby & Wellock (1948) ²	CaHPO ₄	Not Significant
Wellock & Bibby (1949) ³	CaHPO ₄	Not Significant
Winkler et al. (1953) ⁴	CaCO ₃	Not Significant
Muhler et al. (1955) ⁵	Ca ₂ P ₂ O ₇	Not Significant
Muhler (1957) ⁶	Ca ₂ P ₂ O ₇	Not Significant
Kyes et al. (1961) ⁷	(NaPO ₃) _x /CaHPO ₄	Not Significant
Brudevold & Chilton (1966) ⁸	CaHPO ₄	Not Significant



Les dentifrices NaF, SnF₂ ou AmF ne doivent pas être formulés avec des abrasifs contenant **calcium** (CaCO₃ or CaHPO₄.2H₂O) parce la plupart du **fluorure ionique** est immédiatement inactivé par des **ions Ca** (sous forme de fluorure insoluble)

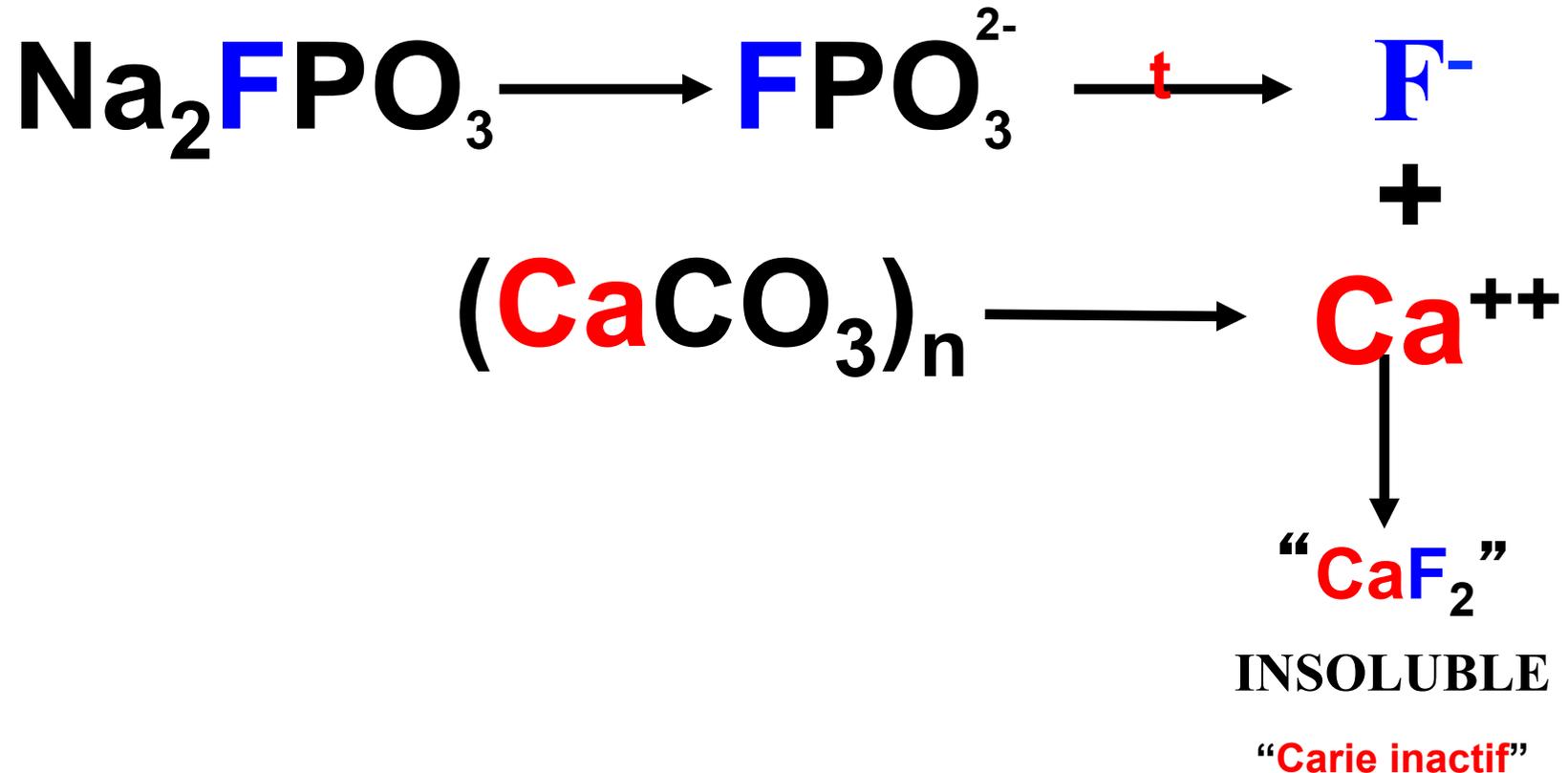


MFP est venu pour résoudre ce problème chimique si un dentifrice
***devrait** contenir des abrasifs avec du **calcium** (CaCO_3 or $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)



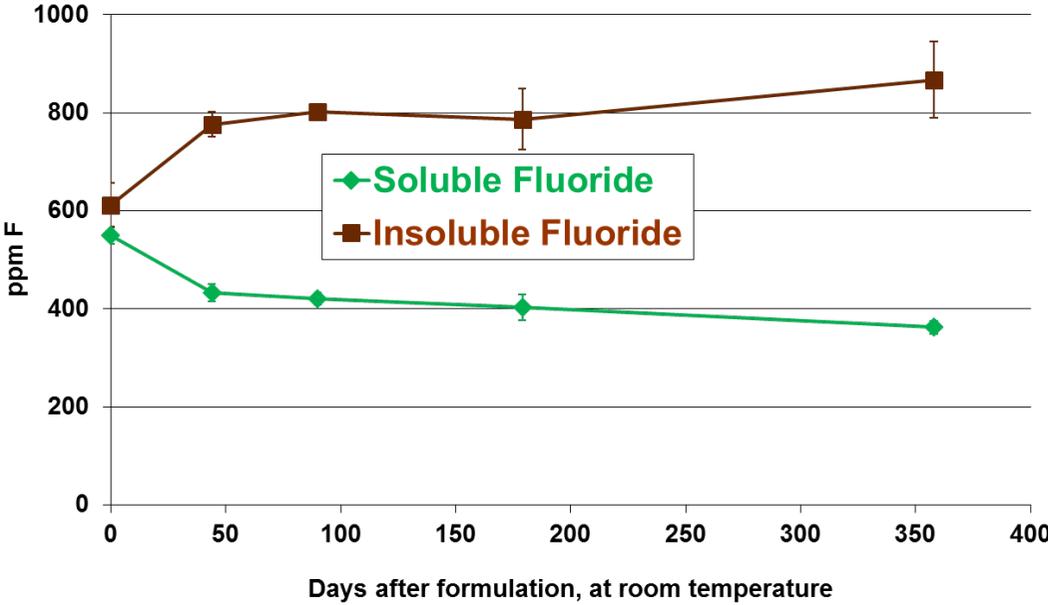
***Au Brésil, le coût pour produire un dentifrice MFP/ CaCO_3 -based devrait être 2-3 fois inférieur à celui avec SiO_2**

MFP venu pour résoudre ce problème chimique si un dentifrice ***devrait** contenir des abrasifs avec du **calcium** (CaCO_3 or $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)



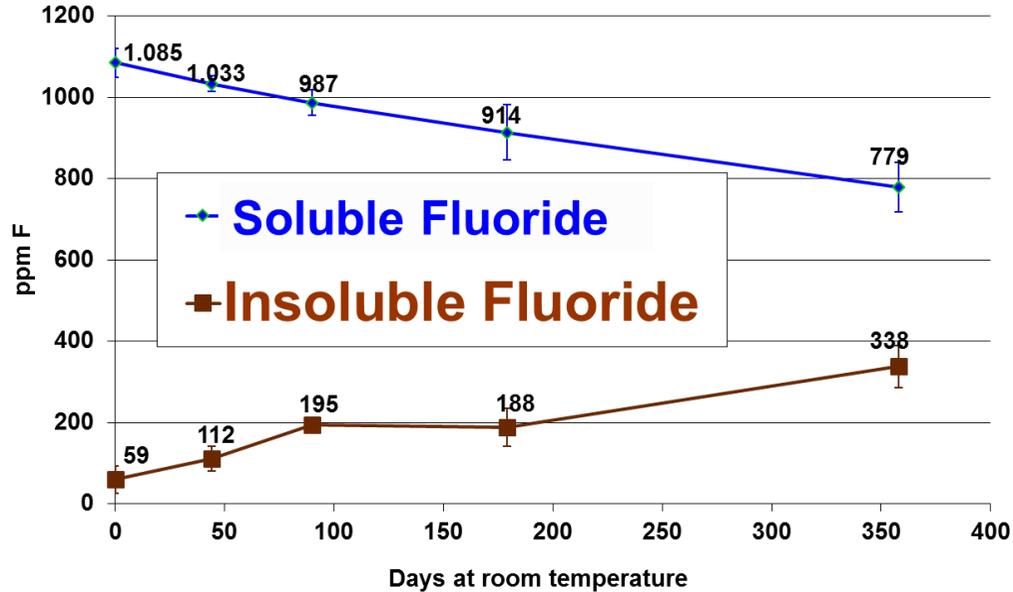
***Au Brésil, le coût pour produire un dentifrice MFP/ CaCO_3 -based devrait être 2-3 fois inférieur à celui avec SiO_2**

Effect of time on F availability in a NaF/CaCO₃ dentifrice



Tabchoury & Cury. Rev. Bras. Farm., 1994

Effect of time on F availability in a MFP/CaCO₃ dentifrice



Tabchoury & Cury. Rev. Bras. Farm., 1994

DÉFINITION de TERMES (CONCEPTS)

- 1- **Fluorure chimiquement soluble** dans le dentifrice = Fraction du fluor total que es **soluble dans l'eau (effet local)** ou **HCL 0.01 N (effet systémique)**
- 2- **Fluorure** Potentiellement **BioAvailable** dans Dentifrice = Fraction **chimiquement soluble** de fluor (disponible) trouvée dans une formulation, que:
 - a) **Serrait libéré dans la bouche pendant le brossage des dents pour interférer avec le processus de caries et**
 - b) **Si elle est absorbée dans le tractus gastro-intestinal elle contribuerait aux risques de fluorose**

DEFINITION of TERMS

4- Total Fluorure (**TF**) = Total Soluble Fluorure (**TSF**) + Insoluble Fluorure

5. **TSF** = Potentiellement actif (caries, fluorosis) formes de F trouvé...

6. **TSF** = Ion Fluorure (F^-) + ion Monofluorophosphate (FPO_3^{2-}) = F^- + FPO_3^{2-}

a) **TSF** = F^- dans NaF, SnF_2 et AmF formulaciones

b) **TSF** = F^- + FPO_3^{2-} dans MFP formulaciones

7. **Insoluble Fluorure** = Fluorure liée à des composants abrasifs ou autres de la formulation

8- **Insoluble Fluoride** = **Inactif fraction of fluorure** trouvé dans la formulation, **soit pour contrôler les caries**, **soit pour contribuer aux risques de fluorose**



jcury@unicamp.br

Evaluation of total and total soluble fluoride of toothpastes from Madagascar

CURY JA^a, MARÍN LM^a, BARIJAONA E^b, TENUTA LMA^a, TABCHOURY CPM^a, DECROIX B^c, HOLMGREN CJ^c
^aPiracicaba Dental School, University of Campinas, Piracicaba – São Paulo, Brazil; ^bDepartment of Oral, Hearing and Eye Health, Ministry of Health, Madagascar; ^cAide Odontologique Internationale, Montrouge, France.

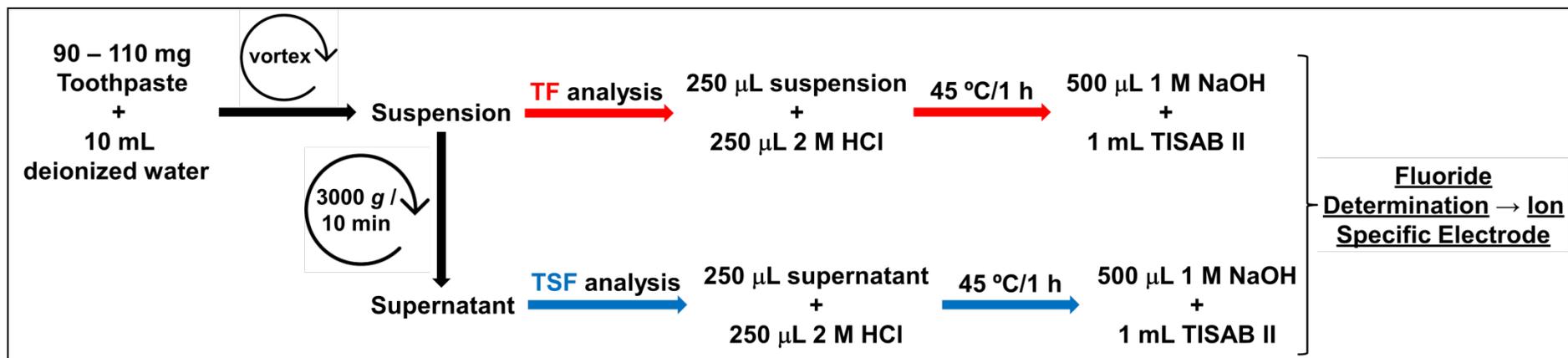


OBJECTIVE

To determine **total fluoride (TF)** (soluble plus insoluble fluoride) and **total soluble fluoride (TSF)** (as fluoride ion plus fluoride from monofluorophosphate) in toothpastes sold in Madagascar

MATERIAL & METHODS

- Exploratory study
- 26 toothpastes brand bought in **11/2015**
 - Each toothpaste analyzed in duplicates in 11-12/2015
 - **[TF]** and **[TSF]** → direct analysis (Cury et al., 2010)



$$[\text{TF}] = [\text{TSF}] + [\text{Insoluble Fluoride (Ins-F)}]$$

$$[\text{TSF}] = [\text{F}^-] + [\text{MFP}]$$

$$[\text{Ins-F}] = [\text{TF}] - [\text{TSF}]$$

$$\% F_{\text{ins}} = 100 [\text{Ins-F}] / [\text{TF}]$$

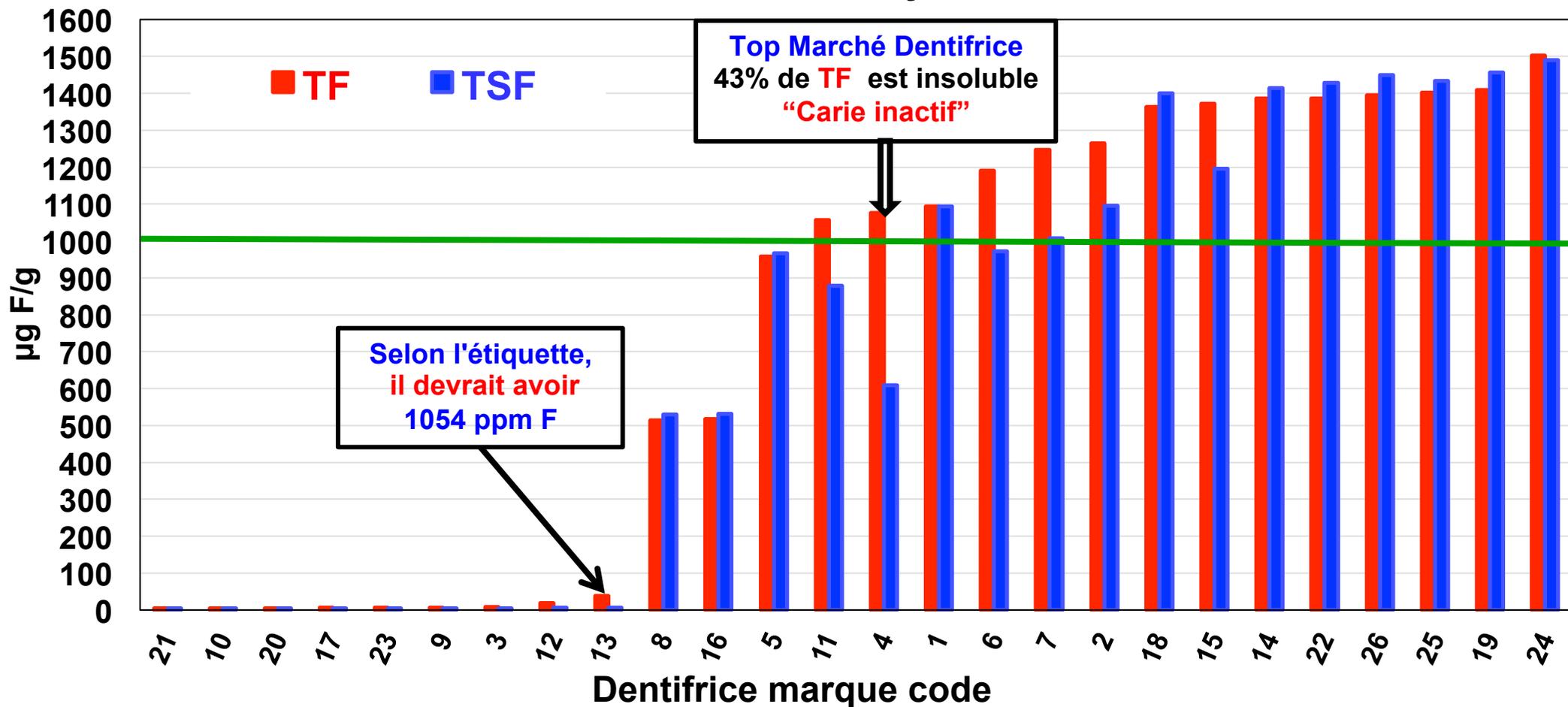
Coefficient of Variation < 5%

Information on the analyzed toothpastes

Brand	Code	Abrasive agent	Fluoridated agent	Declared F (ppm F)	Expiry date
MAXAM - Triple Action	1	CaCO ₃	MFP	*	*
Ciptadent - Maxi12	2	CaCO ₃	MFP	1273	04/2018
MAXAM - Herbal	3	CaCO ₃	*	0	10/2017
Formula - Action	4	CaCO₃	MFP	1054	01/2017
Tonident	5	CaCO ₃	MFP	*	07/2016
Ciptadent Menthe Fraiche	6	CaCO ₃	MFP	1100.2	*
Ciptadent cool mint	7	CaCO ₃	MFP	1100.2	*
Formula - Junior Vitamint	8	SiO ₂	MFP	527	02/2018
Get Rid of Tobacco Calculus	9	*	*	0	01/2018
My Choice	10	CaCO ₃	*	0	07/2018
ABCdent	11	CaCO ₃	MFP	1054	02/2016
Angola Extra Fresh (Calcium + Fluoride)	12	*	*	*	*
Angola The New (Calcium + Fluoride)	13	CaCO₃	MFP	1054	*
Signal	14	CaCO ₃	MFP	1450	*
Colgate Triple Action	15	CaCO ₃	MFP	1450	04/2016
Tonident Junior	16	CaCO ₃	MFP	500	*
Aloe Vera Dentifrice Triple Action	17	SiO ₂	Fluoride free	0	*
Aquafresh All-in-One Protection - Herbal	18	SiO ₂	NaF	*	01/2017
Aquafresh All-in-One Protection	19	SiO ₂	NaF	*	01/2017
Bekon Classic	20	SiO ₂	*	*	*
Sensitive Toohpaste EuroFresh Kids	21	*	Fluoride free	0	06/2017
Colgate Fluoride Toothpaste - Herbal	22	CaCO ₃	MFP	1450	05/2017
Sensodyne - Traitement Sensibilité	23	CaCO ₃	*	0	*
Vademecum	24	SiO ₂	MFP – NaF	1450	*
Sensodyne - Anti-Tartre	25	SiO ₂	NaF	1400	*
Sensodyne - Soin Gencives	26	SiO ₂	NaF	1450	09/2016

* Not indicated

Concentrations **totales** (TF) et **fluorure soluble totale** (TSF) ($\mu\text{g F/g}$) dans les dentifrices analysés



La faible concentration de **TSF** de certains dentifrices fluorés de Madagascar **pourrait entraîner un effet de prévention de la carie compromis**. Cette constatation, combinée aux résultats d'autres pays, **appelle à l'établissement de normes mondiales pour le test du fluor**, combinées à des systèmes de contrôle de la qualité plus rigoureux et à une **législation appropriée**

DÉTAILS CRITIQUES

Formula - Action		IF	TSF	TF	MFP	%F Ins.
Lote	Codigo	160,6	626,2	1101,4	465,5	43,1
MFG 280114	AJK 4a = 4	153,7	615,3	1066,9	461,5	42,3
Tipo de Fluor	CaCO ₃ 0,1% Triclosan + 0,8% MFP + 0,13% Calcium Glycerophosphate	155,8	601,6	1083,4	445,8	44,5
Validade	Moyenne	154,8	608,5	1075,2	453,7	43,4
280117	sd	3,5	12,3	17,3	10,4	1,1
	MFP = 1054,5 ppm F		637,5	1058		
			621	1089,2		
			607,6	1109,7		
	Moyenne		622,0	1085,6		
	sd		15,0	26,0		

Si ce dentifrice avait été formulé avec **1500 ppm** de F il aurait après 2 ans de fabrication **855 ppm** de F soluble



inamarin18@gmail.com

Concentration of **total** and **total soluble fluoride** in toothpastes sold in Antananarivo, Madagascar

MARÍN LM^a, BARIJAONA E^b, TENUTA LMA^a, TABCHOURY CPM^a, DECROIX B^c, HOLMGREN CJ^c, CURY JA^a
^aPiracicaba Dental School, University of Campinas, Piracicaba – São Paulo, Brazil; ^bDepartment of Oral, Hearing and Eye Health, Ministry of Health, Madagascar; ^cAide Odontologique Internationale, Montrouge, France.



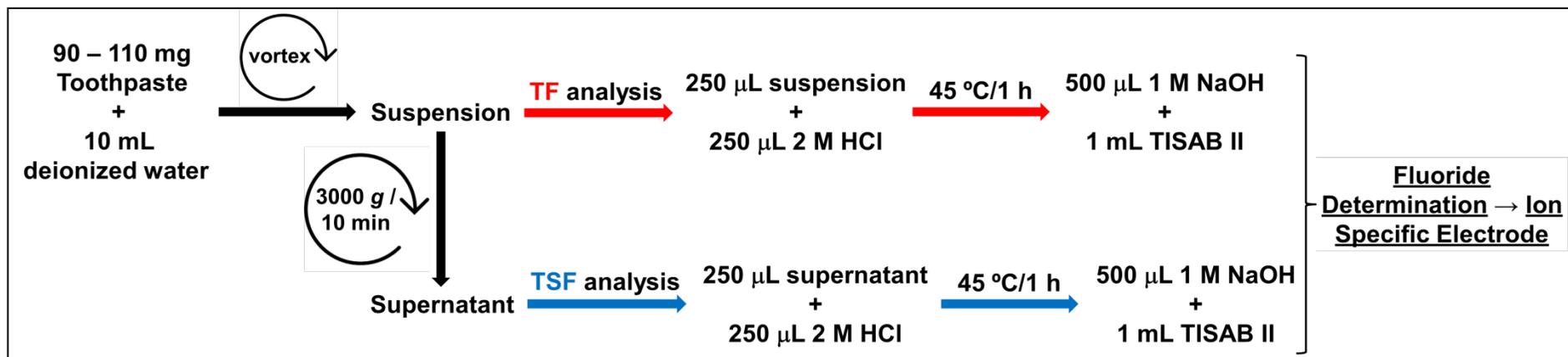
OBJECTIVE

To determine **total fluoride (TF)** (soluble plus insoluble fluoride) and **total soluble fluoride (TSF)** (as fluoride ion plus fluoride from monofluorophosphate) in toothpastes sold in Madagascar

MATERIAL & METHODS

Exploratory study

- 13 toothpastes brand (n=3) purchased in **04/2016**
- Each toothpaste analyzed in duplicates in **06/2016**
- **[TF]** and **[TSF]** → direct analysis (Cury et al., 2010)



$$[\text{TF}] = [\text{TSF}] + [\text{Insoluble Fluoride (Ins-F)}]$$

$$[\text{TSF}] = [\text{F}^-] + [\text{MFP}]$$

$$[\text{Ins-F}] = [\text{TF}] - [\text{TSF}]$$

$$\% F_{\text{ins}} = 100 [\text{Ins-F}] / [\text{TF}]$$

Coefficient of Variation < 5%

Informações declaradas na embalagem e codificação p/ análise

Marca	Agente abrasivo	Agente Fluoretante	F declarado (ppm F)	Data de validade	Código análise
Maxam	CaCO₃	MFP	*	01/2017-10/2018	1
Ciptadent - Lion	CaCO₃ /sílica	MFP/NaF	1100	09-10/2018	2
Ciptadent - Maxi 12	CaCO₃ /sílica	MFP/NaF	1273	07-09/2018	3
Formula - Strong protector	sílica	MFP/NaF	1499	11/2018	4
Formula - Action protector	CaCO₃	MFP	1055	11/2018	5
Formula Sparkling White	CaCO₃	MFP	1055	11/2018	6
Colgate Triple Action	CaCO₃	MFP	1450	10-11/2017	7
Colgate - Herbal	CaCO₃	MFP	1450	01-08/2018	8
Signal - Micro Calcium Actifs	CaCO₃	MFP	1450	09/2017	9
Signal - Fluor & Calcium	CaCO₃	MFP/NaF	1450	*	10
Tonident	CaCO₃	MFP	*	03-04-05/2017	11
Aquafresh - Fresh & Minty	sílica	NaF	*	01/2017	12
Aquafresh – Herbal	sílica	NaF	*	01/2017	13

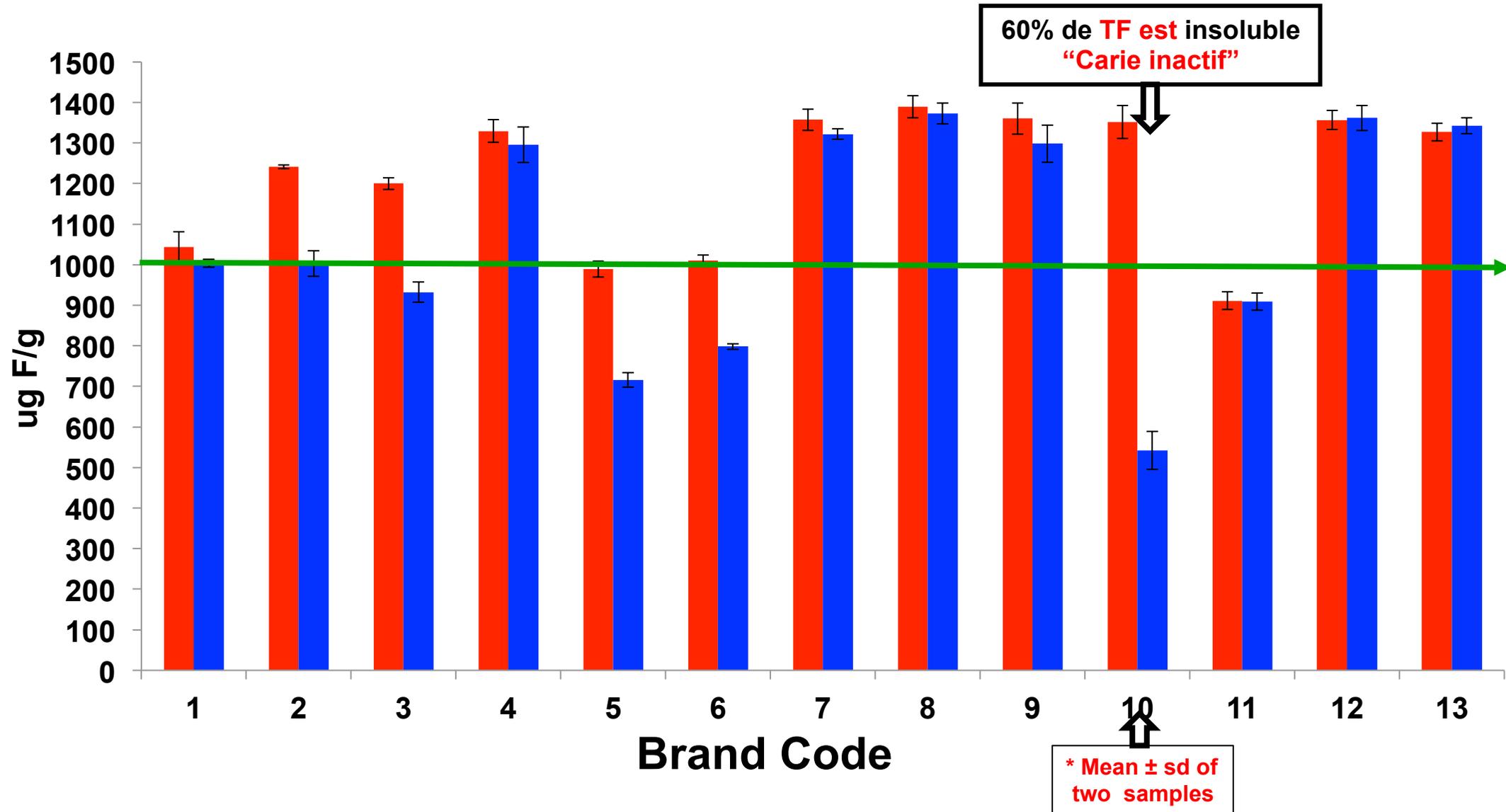
* Não declarado

Concentrations ($\mu\text{g F/g}$) de fluorures **totales (TF)**, **soluble totale (TSF)** et **fluorure insoluble (%)** dans les dentifrices analysées
(Moyenne \pm SD; n=3)

Código análise	FT		FST		% F _{ins}
	Declarada	Encontrada			
1	*	1043,0 \pm 38,2	1003,0 \pm 9,7	-	
2	1100	1241,1 \pm 4,6	1002,7 \pm 31,1	19,2	
3	1273	1200,1 \pm 14,7	932,3 \pm 24,8	22,3	
4	1499	1329,7 \pm 28,2	1295,6 \pm 44,2	-	
5	1055	989,2 \pm 19,7	715,9 \pm 17,7	27,6	
6	1055	1010,8 \pm 13,2	798,2 \pm 6,9	21,0	
7	1450	1357,7 \pm 26,5	1322,0 \pm 12,6	-	
8	1450	1388,9 \pm 27,1	1372,7 \pm 26,0	-	
9	1450	1360,1 \pm 38,1	1298,5 \pm 45,9	4,5	
10	1450	1351,9 \pm 40,5	541,9 \pm 46,4	60,0	
11	*	911,3 \pm 21,6	908,6 \pm 21,0	-	
12	*	1356,4 \pm 23,3	1362,0 \pm 31,0	-	
13	*	1326,9 \pm 21,6	1342,9 \pm 20,1	-	

* Não declarado

Total fluorure (TF) et total soluble fluorure (TSF) concentrations ($\mu\text{g F/g}$) dans les dentifrices analysé (Moyenne; SD; n=3)



DÉTAILS CRITIQUES

Code	Brand	Fluoridated salt	Abrasive agent	TF		TSF	IF	% F _{ins}
				Declared	Found			
1	Maxam	MFP	CaCO ₃	-	1043,0 ± 38,2	1003,0 ± 9,7	176,9 ± 59,9	3,8
2	Ciptadent - Lion	MFP/NaF	CaCO ₃ /Silica	1100	1241,1 ± 4,6	1002,7 ± 31,1	476,2 ± 9,0	19,2
3	Ciptadent - Maxi 12	MFP/NaF	CaCO ₃ /Silica	1273	1200,1 ± 14,7	932,3 ± 24,8	477,1 ± 45,0	22,3
4	Formula - Strong protector	MFP/NaF	Silica	1499	1329,7 ± 28,2	1295,6 ± 44,2	649,4 ± 25,5	2,6
5	Formula - Action protector	MFP	CaCO ₃	1055	989,2 ± 19,7	715,9 ± 17,7	131,2 ± 2,9	27,6
6	Formula Sparkling White	MFP	CaCO ₃	1055	1010,8 ± 13,2	798,2 ± 6,9	130,4 ± 2,4	21
7	Colgate Triple Action	MFP	CaCO ₃	1450	1357,7 ± 26,5	1322,0 ± 12,6	161,5 ± 3,8	2,6
8	Colgate - Herbal	MFP	CaCO ₃	1450	1388,9 ± 27,1	1372,7 ± 26,0	166,2 ± 28,3	1,2
9	Signal - Micro Calcium Actifs	MFP	CaCO₃	1450	1360,1 ± 38,1	1298,5 ± 45,9	312,5 ± 43,6	4,5
10	* Signal - Fluor & Calcium	MFP/NaF	CaCO₃	1450	1351,9 ± 40,5	541,9 ± 46,4	529,8 ± 42,3	59,9
11	Tonident	MFP	CaCO ₃	-	911,3 ± 21,6	908,6 ± 21,0	130,7 ± 7,7	0,3
12	Aquafresh - Fresh & Minty	NaF	Silica	-	1356,4 ± 23,3	1362,0 ± 31,0	1390,8 ± 31,7	-0,4
13	Aquafresh - Herbal	NaF	Silica	-	1326,9 ± 21,6	1342,9 ± 20,1	1374,1 ± 16,9	-1,2

$$\text{TSF} = \text{MFP} + \text{IF}$$

$$\text{MFP} = \text{TSF} - \text{IF}$$

$$\text{MFP (10)} = 541,9 - 529,8 = 0???$$

$$\text{MFP (9)} = 1298,5 - 312,5 = 986 \text{ ppm F as MFP}$$

DÉTAILS CRITIQUES								
Code	Brand	Fluoridated salt	Abrasive agent	TF		TSF	IF	% F _{ins}
				Declared	Found			
1	Maxam	MFP	CaCO ₃	-	1043,0 ± 38,2	1003,0 ± 9,7	176,9 ± 59,9	3,8
2	Ciptadent - Lion	MFP/NaF	CaCO ₃ /Silica	1100	1241,1 ± 4,6	1002,7 ± 31,1	476,2 ± 9,0	19,2
3	Ciptadent - Maxi 12	MFP/NaF	CaCO ₃ /Silica	1273	1200,1 ± 14,7	932,3 ± 24,8	477,1 ± 45,0	22,3
4	Formula - Strong protector	MFP+NaF	Silica	1499	1330 ± 28,2	1296 ± 44,2	649 ± 25,5	-
5	Formula - Action protector	MFP	CaCO₃	1055	989 ± 19,7	716 ± 17,7	131 ± 2,9	27,6
6	Formula Sparkling White	MFP	CaCO ₃	1055	1010,8 ± 13,2	798,2 ± 6,9	130,4 ± 2,4	21
7	Colgate Triple Action	MFP	CaCO ₃	1450	1357,7 ± 26,5	1322,0 ± 12,6	161,5 ± 3,8	2,6
8	Colgate - Herbal	MFP	CaCO ₃	1450	1388,9 ± 27,1	1372,7 ± 26,0	166,2 ± 28,3	1,2
9	Signal - Micro Calcium Actifs	MFP	CaCO ₃	1450	1360,1 ± 38,1	1298,5 ± 45,9	312,5 ± 43,6	4,5
10	* Signal - Fluor & Calcium	MFP/NaF	CaCO ₃	1450	1351,9 ± 40,5	541,9 ± 46,4	529,8 ± 42,3	59,9
11	Tonident	MFP	CaCO ₃	-	911,3 ± 21,6	908,6 ± 21,0	130,7 ± 7,7	0,3
12	Aquafresh - Fresh & Minty	NaF	Silica	-	1356,4 ± 23,3	1362,0 ± 31,0	1390,8 ± 31,7	-0,4
13	Aquafresh - Herbal	NaF	Silica	-	1326,9 ± 21,6	1342,9 ± 20,1	1374,1 ± 16,9	-1,2

A) Il n'est pas logique de formuler un dentifrice avec MFP + NaF

B) Il n'est pas logique d'ajouter du MFP dans un dentifrice formulé avec de la silica comme abrasif

C) Il n'est pas logique de formuler un dentifrice avec 1500 ppm F si l'abrasif est de la silica

D) En sens inverse, il est logique de formuler un dentifrice avec 1500 ppm de F si l'abrasif est CaCO₃

E) Si la marque 5 avait été fabriquée avec 1500 ppm F avec MFP, il aurait après 1 an de fabrication 1086 ppm F comme TSF et non les 716 trouvés

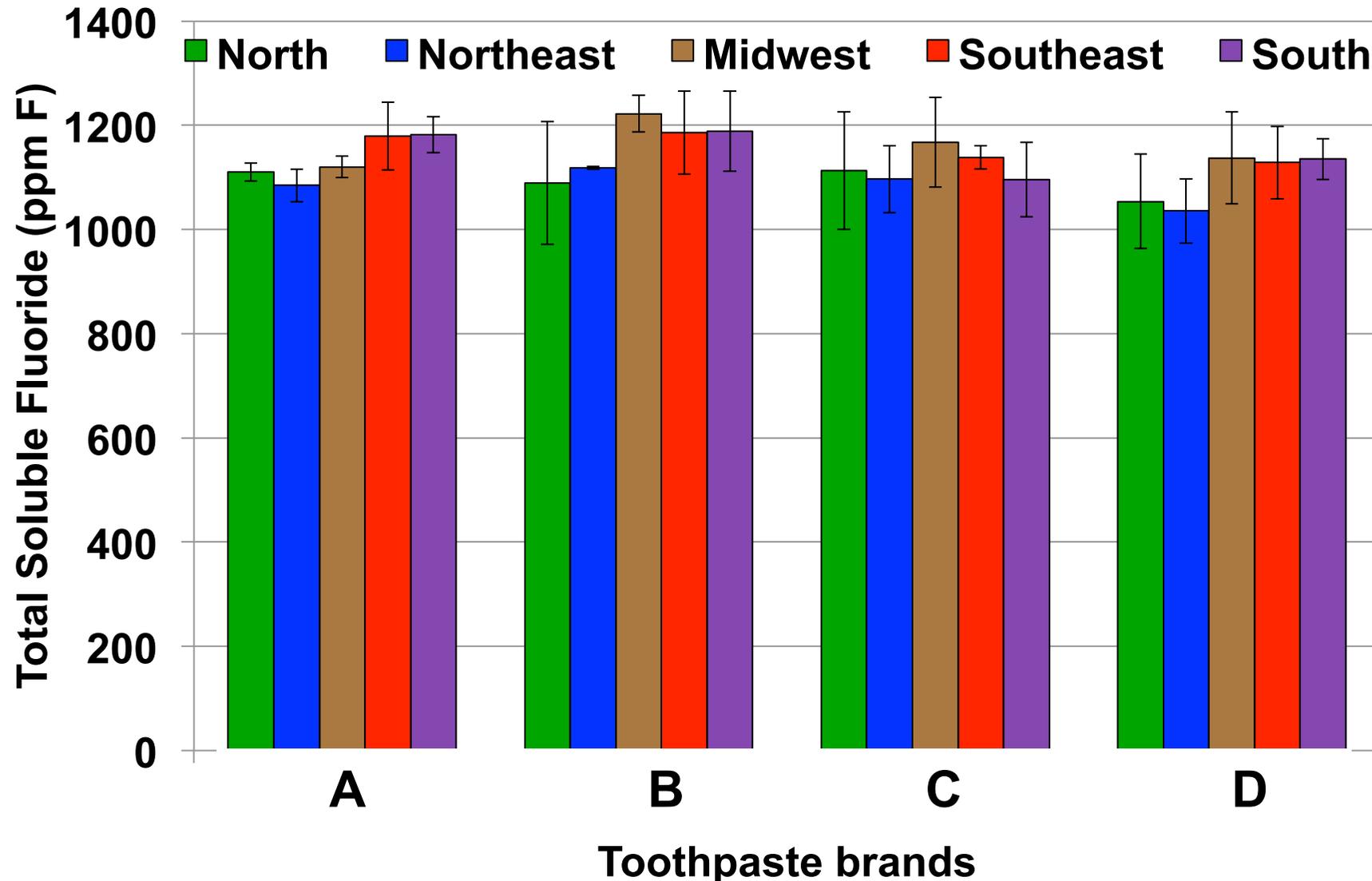
Université **Gouvernement** Society



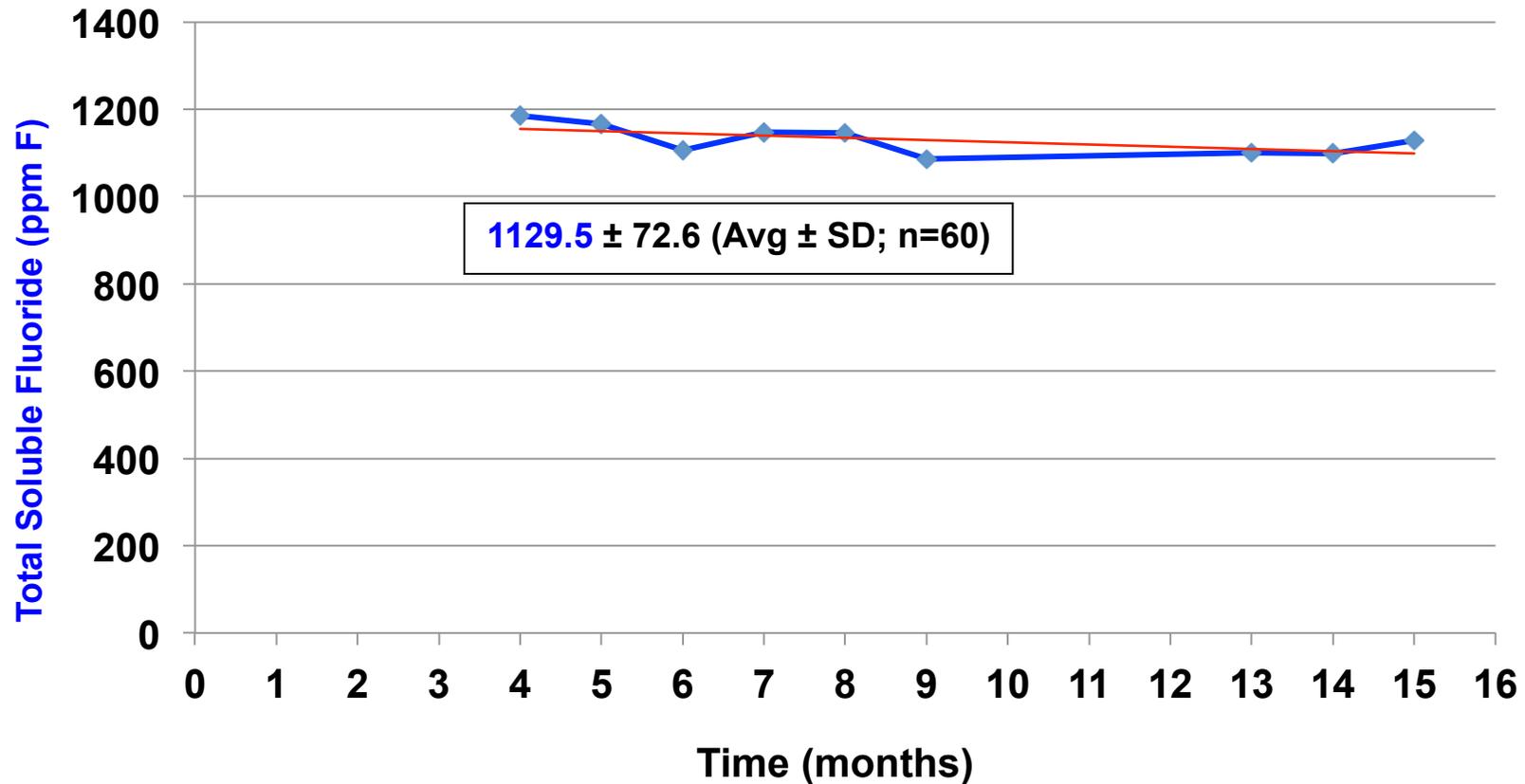
CHALLENGES

DÉFIS

**Total soluble fluorure (TSF) concentrations ($\mu\text{g F/g}$) dans les 4 top marché
Brasilienne MF P/CaCO_3 -based dentifrices de las 5 regions du pays et
analysé et analyse après 4-15 mois de fabrication (Moyenne; SD; n=3)**

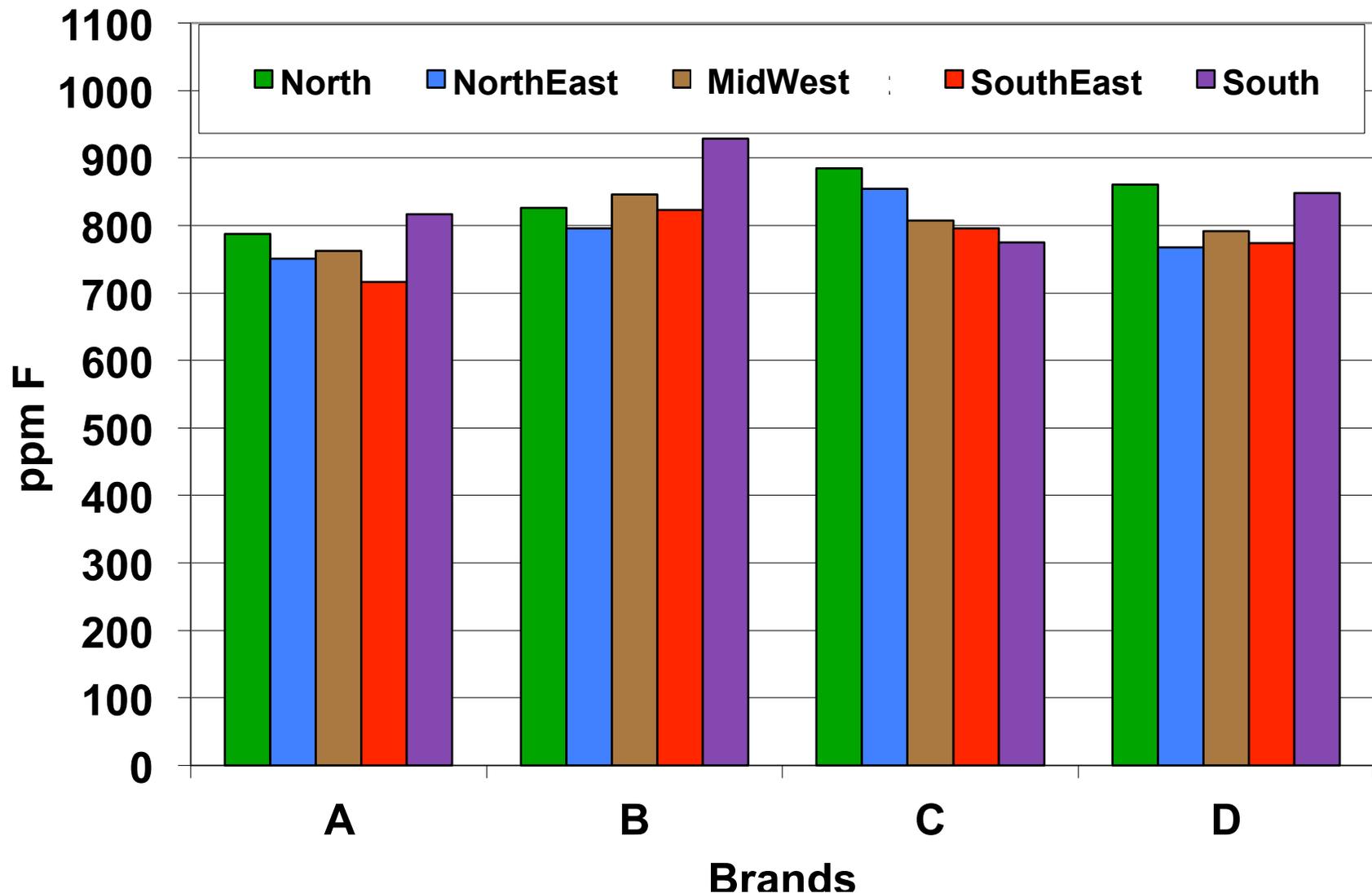


Concentration of **total soluble fluoride** (ppm F) in the MFP/
CaCO₃-based toothpastes, according to the period (months)
between the manufacturing and the date of analysis



Ricomini Filho AP, Tenuta LMA, Cury JA. Efficacy of fluoride toothpaste over time.
Braz Dent J 2012;23:312-4.

Total soluble fluoride (TSF) concentrations ($\mu\text{g F/g}$) dans les 4 top marché Brasilienne MF_P/CaCO₃-based dentifrices de las 5 regions du pays et analyseé fin de valité



Université **G**ouvernement Society



CHALLENGES



DÉFIS

1000 ppm F/**2x**/jour

MADAGASCAR

1. Les dentifrices avec des abrasifs contenant du **calcium** (CaCO_3 ou $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ne doivent pas être formulés avec NaF , SnF_2 ou AmF parce que **la plupart du fluorure ionique** est immédiatement inactivé par les **Ca ions** (forms **insoluble fluoride**)
2. Les dentifrices formulés avec NaF , SnF_2 ou AmF contiennent habituellement comme abrasif la silica hydratée (SiO_2) et sont chimiquement stables
3. Dentifrices avec des abrasifs contenant du **calcium** (CaCO_3 ou $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) doivent être formulées avec du MFP parce que MFP ion ne réagit pas avec les **ions Ca**
4. Les dentifrices formulés avec MFP/CaCO_3 ne sont pas chimiquement stables parce que avec le temps de stockage le MFP est hydrolyse et le **fluorure d'ions libéré** est inactivé par **ion Ca**, diminuant la concentration de fluorure soluble caries-actif

5- Les dentifrices formulés avec MFP/ CaCO_3 devraient être formulés avec **1500 de fluorure totale** pour assurer que **1000 ppm de F soient maintenus solubles** pendant au moins 1 an après la fabrication

6- Le **fabricant** de dentifrice **devrait déclarer dans l'étiquette** combien le produit contient du **fluor total**, que dans les produits en vente libre devrait être le **maximum de 0.15% (1500 ppm F)**

7) **Au registre** d'un dentifrice commercial dans le ministère de la Santé, **le fabricant doit montrer** les données que son produit peut maintenir pendant le délai **d'expiration de 3 ans** une concentration de **fluorure soluble**: **Minimum de 1 000 ppm au cours de la 1ère année, 900 pendant le 2ème et 800 au cours de la dernière année**

8) **Les produits dont le fluorure total est inférieur à 1000 ppm F devraient maintenir toute cette concentration comme soluble** pendant les 3 ans d'expiration

