

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
PRO REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE APOIO A PESQUISA
PROGRAMA INSTITUCIONAL DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

ANÁLISE DA CONCENTRAÇÃO IÔNICA DE FLÚOR EM
DENTIFRÍCIOS ARMAZENADOS EM ESCOLAS ESTADUAIS DO
CAREIRO DA VÁRZEA E MUNICIPAIS DE BOA VISTA
PARTICIPANTES DO PROGRAMA SAÚDE NA ESCOLA.

Bolsista: Jéssica Bandeira Matias, FAPEAM

MANAUS

2014

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
PRO REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE APOIO A PESQUISA
PROGRAMA INSTITUCIONAL DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

RELATÓRIO FINAL

PIB – S – 0060/2013

**ANÁLISE DA CONCENTRAÇÃO IÔNICA DE FLÚOR EM
DENTIFRÍCIOS ARMAZENADOS EM ESCOLAS ESTADUAIS DO
CAREIRO DA VÁRZEA E MUNICIPAIS DE BOA VISTA
PARTICIPANTES DO PROGRAMA SAÚDE NA ESCOLA.**

Bolsista: Jéssica Bandeira Matias, FAPEAM

Orientadora: Profª Drª Flávia Cohen Carneiro Pontes

Manaus

2014

Todos os direitos deste relatório são reservados à Universidade Federal do Amazonas e aos seus autores. Parte deste relatório só poderá ser reproduzida para fins acadêmicos ou científicos.

Esta pesquisa, financiada pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Amazonas - FAPEAM, através do Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica da Universidade Federal do Amazonas, foi desenvolvida pelo Grupo de Pesquisa Saúde Bucal da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Amazonas.

RESUMO

A utilização de dentifrício fluoretado tem contribuído para o declínio na prevalência da cárie dentária. No entanto, dependendo da formulação, das condições e do tempo de armazenamento do dentifrício, parte do flúor presente pode inativar, reduzindo sua efetividade no controle da cárie dentária. Este é um estudo prospectivo, cujo objetivo é analisar em laboratório a concentração de flúor ativo em dentifrícios armazenados ao longo de nove meses. O estudo faz parte de uma pesquisa de campo desenhada para avaliar um programa de promoção de saúde bucal desenvolvido em escolas estaduais do município de Careiro da Várzea, Amazonas, e municipais de Boa Vista, Roraima. Foi realizada a análise da concentração de flúor total, flúor solúvel total e flúor iônico em amostras dos dentifrícios armazenados em quatro tempos distintos: na aquisição do dentifrício (*baseline*); após três meses, após seis meses e após nove meses de armazenamento dos mesmos. A concentração iônica de flúor foi determinada utilizando-se um eletrodo específico (Orion 96-09) acoplado a um analisador de íons (Orion 720-A), calibrados com padrões conhecidos em concentrações de 2,0 a 32,0 ppmF (parte por milhão de flúor). Os resultados obtidos ao longo das mensurações foram analisados em relação a sua distribuição e normalidade (Teste de Shapiro-Wilk), sendo utilizada a análise de variância 2 fatores (Anova-2way), seguida do teste de Tukey para comparação entre as médias. Após nove meses de armazenamento o flúor total dos dentifrícios de Boa Vista e Careiro da Várzea reduziram respectivamente 15,5% e 3,8%, estando de acordo com a legislação brasileira, em relação à concentração máxima de flúor permitida. Já o flúor solúvel total, flúor ativo, reduziu respectivamente cerca de 25% e 21%, porém como a concentração mínima necessária para o dentifrício ter efetividade anticárie é de 1000 ppmF, conclui-se que a partir da segunda análise os dentifrícios de Boa Vista e a partir da quarta análise os dentifrícios do Careiro da Várzea já não apresentavam eficácia anticárie.

Palavras-chave: dentifrício; cárie dentária; flúor; armazenamento.

ABSTRACT

The use of fluoride dentifrices has contributed to the decline in the prevalence of dental caries. However, depending on the formulation, the conditions and storage time of the dentifrice, part of fluoride contained in the dentifrice may be inactivated, reducing their effectiveness in controlling caries. This is a prospective study with the aim to analyze *in vitro* the active fluoride concentration of dentifrices stored through nine months. The study is part of a field research designed to evaluate an oral health program developed in schools from Careiro da Várzea/Amazonas, and from Boa Vista/Roraima. Analysis of total fluoride concentration, the total soluble and ionic fluoride, in samples of dentifrices stored, were undertaken in four different moments: at the baseline, and after three, six and nine months of storage. The fluoride ion concentration was determined using a specific electrode (Orion 96-09) connected to an ion analyzer (Orion 720-A), calibrated with standards fluoride solutions, with concentrations ranging from 2.0 to 32.0 ppmF. The results obtained were analyzed in relation to its distribution and normality (Shapiro-Wilk); and ANOVA-2way, and Tukey's test were used to compare means. After nine months of storage the total fluoride in the dentifrices of Boa Vista and Careiro da Várzea have reduced respectively 15.5% and 3.8%, which is in accordance with Brazilian law, relative to the maximum concentration of fluoride. The total soluble fluoride and the active fluoride were reduced respectively about 25% and 21%. As the minimum concentration required to maintain the effectiveness in controlling caries is 1000 ppmF dentifrice, we conclude that at the second analysis the dentifrices of Boa Vista had no further such effect, the same occurring at the fourth analysis of the dentifrices of Careiro da Várzea.

Keywords: dentifrice; dental caries; fluoride; storage.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	6
3 REVISÃO DE LITERATURA	8
3 MÉTODOS	13
3.1 Considerações Éticas	13
3.2 Desenho de estudo	13
4 RESULTADOS.....	18
5 DISCUSSÃO.....	23
6 CONCLUSÕES.....	25
REFERÊNCIAS	26

1. INTRODUÇÃO

A cárie dentária é uma doença multifatorial decorrente da interação de diversos fatores, entre eles a saliva, o acúmulo de bactérias sobre os dentes e sua relação com a ingestão frequente de carboidratos fermentáveis. O importante efeito do flúor na prevenção da cárie foi descoberto no início do século passado (TENUTA, CURY, 2004). Ao longo dos anos, a sua utilização tópica ganhou maior popularidade que sua utilização sistêmica, com o dentifício fluoretado sendo a forma mais difundida de utilização de flúor (RIPA, 1991). O declínio na prevalência de cárie observado ao longo das últimas décadas do século XX tem sido atribuído principalmente ao uso de dentifício fluoretado, pois este alia a remoção mecânica do biofilme dental à exposição constante ao fluoreto (CONDE, REBELO, CURY, 2003).

No final da década de 1980, aproximadamente 25% dos dentifícios vendidos no Brasil continham flúor em sua composição, aumentando para 90% em 1990. Atualmente, 97% dos cremes dentais vendidos no Brasil são fluoretados. De acordo com a resolução de 1989 do Ministério da Saúde, o dentifício fluoretado deveria conter entre 1000-1500 ppmF solúvel para cada grama de dentifício, quando fabricados, e depois de um ano, pelo menos, 600 ppmF solúvel deveria ser mantido, ou seja, sua estabilidade após armazenamento à temperatura ambiente também é importante. Porém, a partir da Resolução nº 79 de 28 de agosto de 2000, em vigor atualmente, é necessário apenas que eles contenham no máximo 0,15% de flúor (1.500 ppmF) independentemente do sal de fluoreto utilizado, sua disponibilidade ou estabilidade (CURY et al., 2004).

O efeito principal do flúor deve ser atribuído à sua ação no meio bucal, durante os processos de desmineralização e remineralização a que o esmalte está sujeito. O flúor livre presente na cavidade bucal pode estar sob a forma iônica, fluoreto de sódio (NaF), ou

ionizável monofluorofosfato (MFP), formas ativas para controlar a cárie. No entanto, dependendo da formulação, parte do flúor presente pode estar inativo. Por exemplo, NaF não deve ser agregado a dentifrícios contendo carbonato de cálcio, pois ocorre a ligação do flúor com o cálcio do abrasivo, dentro do tubo e não no dente, ocorrendo a liberação do flúor na forma inativa. Por outro lado, o carbonato de cálcio pode ser utilizado como abrasivo nos dentifrícios que utilizam o MFP (TENUTA, CURY, 2004). No Brasil a maioria dos dentifrícios (92%) são formulados com MFP/CaCO₃ (CURY et al., 2004).

Atualmente, as políticas públicas de saúde investem em programas que propiciam o desenvolvimento dessas práticas no ambiente escolar. O Programa Saúde na Escola (PSE), do Ministério da Saúde e do Ministério da Educação, foi instituído em 5 de dezembro de 2007 pelo Decreto Presidencial nº 6.286. Tem como objetivo contribuir para a formação integral dos alunos por meio de ações de promoção, prevenção e atenção à saúde, visando ao enfrentamento das vulnerabilidades que comprometem o desenvolvimento de crianças e adolescentes da rede pública de ensino. Dentre as ações recomendadas pelo PSE destaca-se a escovação dentária com dentifício fluoretado. No entanto, levando-se em consideração a logística pública para licitação, aquisição e distribuição de insumos para as escolas, pode-se entender que os produtos necessários para esta ação escolar, incluindo os dentifrícios fluoretados, serão adquiridos em larga escala e armazenados prioritariamente nas escolas para desenvolvimento das atividades ao longo do ano, o que poderia ter um impacto negativo na efetividade do dentifício armazenado ao longo do tempo. Portanto, o objetivo deste estudo foi analisar a concentração iônica de flúor presente nos dentifrícios utilizados neste programa, ao longo de nove meses de armazenamento. Determinando a concentração de flúor total e flúor solúvel total presentes nestes dentifrícios.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Bardal et al. (2003) verificaram a concentração de flúor total (FT), flúor solúvel total (FST) e flúor iônico (FI) contida em 19 marcas principais de dentifrícios comercializados no Brasil e adquiridas em Bauru, São Paulo, para comparar se as análises estavam de acordo com o controle de qualidade da regulamentação do Ministério de Saúde Brasileiro de 2000. Foram obtidas amostras de dentifrícios de dois lotes de cada marca e foram feitas as análises dos dentifrícios frescos e envelhecidos (para ser considerado envelhecido o dentifrício foi armazenado durante 48h a uma temperatura de 45 °C, obtendo uma equivalência de oito meses de envelhecimento). As análises foram realizadas em triplicata com o uso de um eletrodo específico para íon flúor (Orion 96-09), utilizando padrões que variaram de 0,5 – 4,0 ppmF. Para a análise de pH foi utilizado o pHmetro Micronal B371 calibrado com padrões pH de 4,7 e 9 com os dentifrícios sendo analisados em duplicata e a cada 5 leituras realizando-se a recalibração do aparelho. Como resultado, observou-se que ocorreram variações no FT, FST e FI das análises dos dentifrícios frescos para os envelhecidos, que em média foram de 1392,6 – 1358,9; 1228,1 – 1138,9; 566,9 – 572,7 ppmF respectivamente. A concentração de flúor solúvel total sofreu a maior redução. O pH variou de 7,1 a 9,9, com exceção de um dentifrício que apresentou pH com valor ácido de 6,8. Logo, concluíram que embora o termo "solúvel" tenha sido suprimido pelo novo regulamento, os dentifrícios analisados estavam de acordo com o Ministério Brasileiro de Regulamento Sanitário de 1989.

Conde et al. (2003) analisaram a concentração e estabilidade do flúor contido em dentifrícios vendidos em Manaus, Amazonas, Brasil. Para isto, analisaram o flúor total, flúor solúvel total, flúor insolúvel e MFP de seis dentifrícios nacionais e um importado, adquiridos no comércio de Manaus. Para a análise foram adquiridos 12 tubos de dentifrícios, estes foram divididos em dois grupos. O primeiro grupo, composto de 06 tubos, um de cada marca, foi mantido sob ar refrigerado com temperatura de $26,3 \pm 0,88^{\circ}\text{C}$, e o segundo grupo armazenado

a temperatura ambiente $28,9 \pm 1,16^{\circ}\text{C}$. As análises, para os dois grupos, foram realizadas no momento da aquisição dos dentifrícios e depois de 4, 8 e 12 meses. A análise em duplicata foi obtida com o uso de eletrodo específico para íon flúor (Orion 96-09) e um analisador de íons (720A), realizou-se a curva de calibração com solução padrão de flúor variando de 0.5 a 4.0 ppmF. O estudo levou em consideração os seguintes fatores: dentifrício, temperatura e tempo de armazenamento. Os resultados, expressos em ppm, mostraram que todos os dentifrícios continham uma expressiva concentração de flúor solúvel total quando adquiridos. Entretanto, a maioria deles não se mostrou estável quanto ao armazenamento. A maior perda ocorreu à temperatura ambiente, atingindo valores de 40%. Os autores concluíram que embora a concentração de flúor total encontrada em todos os dentifrícios esteja de acordo com a portaria da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), dependendo das condições de armazenamento a perda de flúor solúvel pode comprometer o efeito anticárie de alguns dentifrícios e isto não está contemplado pela portaria brasileira em vigor, já que a mesma somente é específica à concentração do dentifrício, sem levar em consideração a qualidade e o armazenamento, ou seja, se o flúor é solúvel e tem efeito na prevenção e/ou controle da cárie dentária.

Cury et al. (2004) realizaram uma revisão de literatura com o objetivo de discutir o papel da água fluoretada, de programas de prevenção e dos dentifrícios fluoretados sobre a redução da cárie dentária no Brasil, baseados em dados epidemiológicos disponíveis e fatos históricos. Em 1968, segundo a Organização Mundial da Saúde, o Brasil apresentou uma taxa alta de prevalência de cárie, segundo o índice de dentes cariados, perdidos e obturados, (CPOD=8,3 aos 12 anos), o cenário mudou para uma prevalência de cárie moderada (CPOD=2,8 aos 12 anos), em 2003. Com a introdução da água fluoretada no Brasil em 1953, ocorreu uma redução de 50% na cárie dentária em cidades brasileiras, mas ainda hoje há regiões que não dispõem desta fluoretação. Atualmente, a importância da contribuição da

água fluoretada para prevenção da cárie tem sido questionada em todo o mundo, já que reduções significativas na prevalência de cárie ocorreram independentes da mesma. Na década de 1990, no Brasil, o sistema de saúde mudou e a saúde bucal foi influenciada, o governo começou a apoiar programas preventivos que incluíam supervisão de escovação em escolas com dentífrico fluoretado, aplicação tópica de flúor e tratamento odontológico, de acordo com o risco de cárie das crianças. Esses programas permitiram o acesso da população de baixa renda a fontes de flúor. Em 1990, também aumentou, no Brasil, a venda de dentífricos fluoretados, atualmente 97% dos cremes dentais vendidos são fluoretados. De acordo com a resolução de 1994, o dentífrico deve conter um máximo de 0,15% de flúor, independente do sal de fluoreto utilizado. No país, a maioria dos dentífricos utilizam monofluorofosfato de sódio como fonte de flúor e carbonato de cálcio como abrasivo. Há evidências de que a disponibilidade de dentífricos fluoretados em larga escala para o mercado brasileiro é responsável pela redução na prevalência de cárie entre as cidades com e sem água fluoretada. Logo, os autores concluíram que a fluoretação da água, a expansão de programas de prevenção nas escolas, e o uso generalizado de dentífricos fluoretados são consistentemente associados ao declínio da cárie observado no Brasil nas últimas décadas.

Cury et al. (2010) avaliaram a concentração de flúor solúvel total em dentífricos utilizados por crianças brasileiras, considerando seu potencial anticariogênico. Também avaliaram se a concentração máxima estabelecida pelas diretrizes brasileiras estava sendo seguida. Participaram do estudo 206 crianças brasileiras com idade de 9 a 48 meses (média de $41 \pm 6,6$ meses), residentes da cidade de Montes Claros, sul do Brasil. Foram selecionados oito jardins da infância, sendo quatro públicos e quatro privados. Todos os cremes dentais foram analisados antes da data de validade estipulada pelo fabricante. As concentrações de flúor total (FT), flúor solúvel total (FST) e flúor iônico (FI) foram determinadas. A partir destas análises, as concentrações de flúor como monofluorofosfato de sódio (MFP) e o

percentual de flúor insolúvel foi calculado. As análises foram realizadas em duplicatas, utilizando um eletrodo específico (Orion 96-09) acoplado ao analisador (Orion EA-740) e calibrado com padrões de 0,06 a 8 ppmF. A maioria dos dentifrícios utilizados (96%) continha flúor, e apenas duas crianças utilizavam dentifrício de baixa concentração de fluoreto. Dentre os dentifrícios consumidos, 57,7% continham flúor como MFP e 42,3% como NaF. Em 84% dos dentifrícios a concentração de flúor total coincidiu com o declarado no rótulo. Dos dentifrícios em desacordo com o rótulo, 5 marcas, apresentavam uma média de \geq ou \leq 5% de diferença, destes quatro apresentavam flúor total maior que o máximo permitido pela legislação brasileira (1500ppmF). Em 48% dos dentifrícios o flúor solúvel total foi menor do que o flúor total, indicando que parte do flúor estava insolúvel. Este menor valor de flúor ativo é devido à incompatibilidade entre o agente abrasivo e o fluoreto. No entanto 78% dos dentifrícios demonstraram FST com concentração \geq 1000 ppm, o mínimo necessário para ter um efeito anticárie. Estes resultados sugerem que a maioria dos cremes dentais utilizados por crianças brasileiras apresentam concentração de flúor adequado para o controle da cárie.

Ricomini Filho et al. (2012) avaliaram as concentrações de flúor total (FT) e flúor solúvel total (FST) dos cremes dentais mais vendidos no Brasil. As amostras (n = 3) foram adquiridas em três supermercados diferentes em cada cidade das cinco regiões do país: Manaus/Amazonas, Norte; Fortaleza/Ceará, Nordeste; Cuiabá/Mato Grosso do Sul, Centro-oeste; Piracicaba/São Paulo, Sudeste; Pelotas/Rio Grande do Sul, Sul. Todas as análises foram realizadas em duplicata, utilizando um eletrodo específico (Orion 96-09) acoplado ao analisador (Orion EA-740), calibrado com padrões de flúor de 0.0625, 0.125, 0.25, 0.5, 1.0, 2.0 e 4.0 ppm, os resultados foram expressos em ppm (mgF/g). Todos os cremes dentais demonstraram concentrações de flúor total menor do que 1.500 ppm, estando de acordo com a legislação brasileira. Os valores que mais variaram foram de flúor solúvel total: $1.035,5 \pm 61,5$ para $1,221,8 \pm 35,2$ para dentifrícios a base de monofluorofosfato de sódio e de $1,455.6 \pm$

12,5 a $1.543,0 \pm 147,3$ para creme dental à base de fluoreto de sódio. Não houve diferença de valores significativa entre as regiões. Logo os cremes dentais mais vendidos no Brasil estão de acordo com a legislação brasileira apresentando concentração de flúor disponível para controlar a cárie, independente da região onde são adquiridos.

Benzian et al. (2012) avaliaram o flúor total e o flúor solúvel de dentifrícios de Brunei, Camboja, Laos, Holanda e Suriname investigando se os mesmos estavam de acordo com a descrição nos rótulos. As amostras foram adquiridas em cinco países distintos e analisadas na Holanda. O flúor total dessas amostras foi mensurado e comparado às informações contidas nos rótulos de cada produto, considerando o tipo de flúor, abrasivo, data de fabricação e validade. No total, 119 amostras foram analisadas, das amostras adquiridas na Holanda somente uma não estava de acordo com o rótulo, não cumprindo o ISO (Organização Internacional de Normalização), as demais amostras cumpriram com o proposto. Das amostras adquiridas em outros países, os dentifrícios que continham monofluorofosfato sódio demonstraram uma baixa porcentagem de flúor solúvel e a maioria dos cremes dentais não seguiu as diretrizes dos rótulos. Logo, os autores concluíram que o foco internacional deve ser renovado com orientações e normas para que os consumidores possam segui-las, não utilizando cremes dentais vencidos e optando preferencialmente por dentifrícios com fluoreto a base de sílica não incluindo cálcio como abrasivo, estes provavelmente tem uma maior eficácia anticárie.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais:

1. Ácido acético;
2. Cloreto de sódio
3. CDTA (ácido diamino ciclohexano tetracético);
4. Hidróxido de sódio (NaOH);
5. Ácido clorídrico (HCl);
6. Agitador;
7. Água deionizada;
8. Padrão de flúor 100ppm;
9. Analisador de íons (ORION 720-A);
10. Balança de precisão digital (*Denver Instrument Company - AA-200*);
11. Centrífuga clínica;
12. Eletrodo específico para flúor (ORION 96-09);
13. Espátula nº 24;
14. Frascos Becker 100 ml;
15. Frascos para banho-maria;
16. Pipeta automática 200 a 1000 μ , volumétrica de 10ml;
17. TISAB II (*Total Ionic Strength Adjustor Buffer*: tampão de ajuste de pH, força iônica e descomplexante);
18. Tubo de centrífuga de polipropileno;
19. Frascos de acrílico;
20. Balão volumétrico de 100ml, 500ml.

3.2 Métodos:

Delineamento de estudo:

Este é um estudo prospectivo para análise laboratorial dos dentifrícios fluoretados, utilizados em um programa de promoção de saúde bucal, desenvolvido em escolas municipais de Boa Vista e estaduais do Careiro da Várzea como estudos de intervenção do tipo ensaio de campo. Este faz parte de um projeto de pesquisa amplo já aprovado pelo CEP/UFAM e financiado pelo CNPq. Para tal, foram analisados 3 dentifrícios fluoretados de Boa Vista (lote: 3060BR121I) e 9 dentifrícios fluoretados do Careiro da Várzea, sendo 3 de cada lote (lotes: 3060BR121I; 3040BR121I; 2311BR121I), todos da marca comercial Sorriso[®].

Armazenamento do Material:

Após a aquisição, os dentifrícios foram armazenados à temperatura ambiente e mantidos devidamente fechados, para evitar qualquer tipo de alteração das amostras, até o momento das análises. A primeira análise foi feita antes do início do estudo de intervenção – *baseline*, a segunda análise, feita depois de três meses de armazenamento, a terceira análise, após seis meses de armazenamento, e a última análise foi feita depois de nove meses de armazenamento nas escolas sob as condições descritas acima.

Coleta do Material:

As amostras foram coletadas *in loco* e transportadas sob refrigeração para análise no laboratório de pesquisas da Faculdade de Odontologia da UFAM. O período da coleta foi realizado nos meses de agosto, dezembro, março e junho, conforme cronograma. As amostras foram codificadas com números arábicos, da seguinte maneira:

- Boa Vista (lote: 3060BR121I/Validade: 03/16) – BV1, BV2, BV3;
- Careiro da Várzea (lote 1: 3060BR121I/Validade: 03/16) – CV1-1, CV1-2, CV1-3;
- Careiro da Várzea (lote 2: 3040BR121I/Validade: 02/16) – CV2-1, CV2-2, CV2-3;
- Careiro da Várzea (lote 3: 2311BR121I/Validade: 11/15) – CV3-1, CV3-2, CV3-3.

Determinação da concentração de flúor nos dentifrícios:

A concentração de flúor nos dentifrícios foi determinada utilizando um eletrodo específico para flúor (ORION 96-09) acoplado a um analisador de íons (ORION 720-A), calibrados com padrões conhecidos em concentrações de 2,0; 4,0; 8,0; 16,0 e 32,0ppmF. Esse potenciômetro fornece um valor de milivoltagem que corresponde à diferença de potencial entre o líquido contido no interior do eletrodo (solução de 10 ppm F⁻ em KCL como condutor da corrente elétrica) e a solução analisada.

Para a determinação da concentração de flúor, foi realizada:

Manipulação de TISAB II:

Na balança de precisão eletrônica digital, pesou-se 29g de cloreto de sódio, 10g de hidróxido de sódio e 2g de CDTA; logo após adicionou-se água deionizada a cada substância, imergindo-as para não evaporar. Então, pipetou-se 28,5ml de ácido acético, acrescentou-se ao mesmo as soluções acima e completou-se com água deionizada para um balão volumétrico de 500ml. Logo, a solução foi levada para um béquer e agitada. Como é necessário 1 litro de TISAB II, esta operação foi realizada duas vezes. Então, foi acrescentado hidróxido de sódio as soluções até chegar ao pH 5,0.

Preparo do NaOH 1M:

Pesou-se 21,052g de NaOH (valor proporcional a 1M) e adicionou-se água destilada e deionizada para um balão volumétrico de 500ml.

Preparo do HCl 2M:

Pipetou-se 83,43ml de HCl (valor proporcional a 2M), colocou-se uma quantidade mínima de água destilada e deionizada em um Becker e foi despejado o HCl, logo a mistura foi levada para um balão volumétrico de 500ml e completada com água destilada e deionizada até atingir o menisco (500ml).

Preparo dos padrões de flúor:

Pipetou-se determinada quantidade do padrão de 100ppm e foi adicionada água destilada para um balão volumétrico de 100ml. As concentrações dos padrões foram de 2,0; 4,0; 8,0; 16,0; 32,0ppmF. Ainda foram preparados o blank (1,0ml de TISAB II pH 5,0 + 0,25ml de água destilada + 0,25ml de HCl 2M + 0,5 de NaOH 1M) e o teste (20ppmF).

Preparo das curvas de calibração:

A concentração de flúor nas soluções padrão e nas amostras foi calculada a partir da regressão linear da curva de calibração obtida por padrões com concentrações já citadas, com eletrodo específico para flúor ORION 96-09 associado ao analisador de íons ORION 720-A. Pipeta-se 0,2ml do padrão, adiciona-se 0,2ml de HCl, 0,4ml de NaOH 1M, 0,8ml de TISAB II.

Preparo das amostras:

A fração inicial do dentifrício, equivalente a 3 centímetros, foi desprezada. Em seguida, foi pesado 100 mg de dentifrício em um tubo de centrífuga de polipropileno com o auxílio de uma balança de precisão eletrônica digital, ao qual adicionou-se 10 ml de água deionizada. A amostra foi agitada com o auxílio de um agitador, por aproximadamente 2 minutos, até a homogeneização total do dentifrício.

Determinação da Concentração de Flúor Total (FT):

Da suspensão preparada, foi transferido 0,20 ml para outro tubo de ensaio de polipropileno e adicionado 0,20 ml de HCl 2M. Após 1 hora em banho-maria à 45°C, foi adicionado 0,40 ml de NaOH 1M e 0,80 ml de TISAB II, então foi analisado.

Determinação da Concentração de Flúor Solúvel Total (FST):

A suspensão foi centrifugada em centrífuga clínica, por 10 minutos à 3000 rpm e, posteriormente, transferido 0,20 ml do sobrenadante para um tubo de ensaio de polipropileno. Em seguida, foi acrescentado ao tubo 0,20 ml de HCl 2M e, após hidrólise por 1h à 45°C em

banho-maria, 0,40 ml de NaOH 1M mais 0,80 ml de TISAB II e a leitura potenciométrica foi realizada.

Determinação da Concentração de Flúor Iônico (F^-)

Foi transferido um volume de 0,20 ml do sobrenadante para um tubo de ensaio de polipropileno, e acrescentado 0,80 ml de TISAB II mais 0,40 ml de NaOH 1M e 0,20 ml de HCl 2M para a análise.

Determinação da Concentração de Monofluorofosfato (MFP)

Obtido através da aplicação da fórmula:

$$MFP = FST - Fiônico$$

Dessa forma foi determinada a concentração do flúor ionizável.

Determinação da Concentração de Flúor Insolúvel (Fins)

Obtido através da aplicação da fórmula:

$$Fins = Ftotal - (Fiônico + Fionizável)$$

Análise estatística

Para a análise dos dados foi realizado previamente teste de *Shapiro Wilk* para verificação da normalidade dos mesmos. Na sequência, foi feito o teste Anova *one way*, seguido do teste de *Tukey* para comparação das médias obtidas.

4. RESULTADOS

Baseline Boa Vista:

Amostras	Flúor Total	Flúor Solúvel Total	Flúor Iônico	Flúor Ionizável	% Flúor Insolúvel
BVI	1164,7	1025,5	147,2	878,3	12,0
BVII	1180,9	1071,3	141,7	929,5	9,3
BVIII	1187,2	1080,3	148,4	931,9	9,0

Tabela 1. Média da concentração (ppm F) de flúor total, flúor solúvel total, flúor iônico, flúor ionizável e porcentagem de flúor insolúvel encontradas nas amostras analisadas de Boa Vista.

Segunda análise Boa Vista:

Amostras	Flúor Total	Flúor Solúvel Total	Flúor Iônico	Flúor Ionizável	% Flúor Insolúvel
BVI	1003,7	905	125	780	9,8
BVII	1164,3	1033,1	129,4	903,7	11,3
BVIII	982,9	879,2	118,1	761,1	10,6

Tabela 2. Média da concentração (ppm F) de flúor total, flúor solúvel total, flúor iônico, flúor ionizável e porcentagem de flúor insolúvel encontradas nas amostras analisadas de Boa Vista.

Terceira análise Boa Vista:

Amostras	Flúor Total	Flúor Solúvel Total	Flúor Iônico	Flúor Ionizável	% Flúor Insolúvel
BVI	978,3	842,2	117,3	724,9	13,9
BVII	1061,4	933	118,5	814,5	12,1
BVIII	925,1	840,7	110,0	730,7	9,1

Tabela 3. Média da concentração (ppm F) de flúor total, flúor solúvel total, flúor iônico, flúor ionizável e porcentagem de flúor insolúvel encontradas nas amostras analisadas de Boa Vista.

Quarta análise Boa Vista:

Amostras	Flúor Total	Flúor Solúvel Total	Flúor Iônico	Flúor Ionizável	% Flúor Insolúvel
BVI	790,6	689,6	100,8	588,7	12,8
BVII	1157,2	847,1	124,4	722,7	26,8
BVIII	1037,0	835,7	114,1	721,6	19,4

Tabela 4. Média da concentração (ppm F) de flúor total, flúor solúvel total, flúor iônico, flúor ionizável e porcentagem de flúor insolúvel encontradas nas amostras analisadas de Boa Vista.

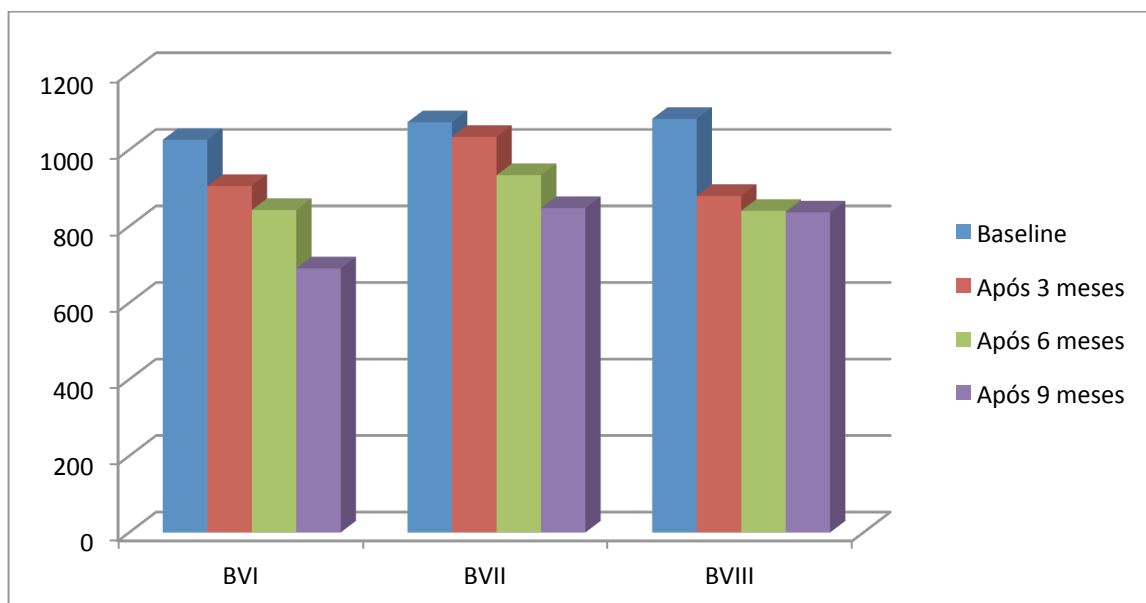


Figura 1 – Ilustração gráfica das médias das concentrações de Flúor Solúvel Total (FST) encontradas e das análises realizadas para os dentifícios de Boa Vista.

Baseline Careiro da Várzea:

Amostras	Flúor Total	Flúor Solúvel Total	Flúor Iônico	Flúor Ionizável	% Flúor Insolúvel
CVI-I	1427,5	1312,3	118,4	1193,9	8,1
CVI-II	1509,8	1293,5	118,6	1174,9	14,3
CVI-III	1422,0	1402,7	126,3	1276,3	1,4
CVII-I	1390,3	1293,2	145,9	1147,4	7,0
CVII-II	1374,1	1280,6	140,3	1140,4	6,8
CVII-III	1366,1	1270,6	142,2	1128,4	7,0
CVIII-I	1397,2	1133,2	161,3	971,9	18,9
CVIII-II	1419,5	1199,6	154,2	1045,3	15,5
CVIII-III	1394,6	1155,7	159,5	996,3	17,1

Tabela 5. Média da concentração (ppm F) de flúor total, flúor solúvel total, flúor iônico, flúor ionizável e porcentagem de flúor insolúvel encontradas nas amostras analisadas do Careiro da Várzea.

Segunda análise Careiro da Várzea:

Amostras	Flúor Total	Flúor Solúvel Total	Flúor Iônico	Flúor Ionizável	% Flúor Insolúvel
CVI-I	-	-	-	-	-
CVI-II	1355,7	1148,2	110,4	1037,7	15,3
CVI-III	1375,7	1147	111,4	1035,6	16,6
CVII-I	1359,6	1120,4	126,7	993,7	17,6
CVII-II	1363,8	1150,5	128,4	1022,1	15,6
CVII-III	1358,4	1155	130,6	1024,3	15
CVIII-I	1365,1	1054,6	153,5	901,1	22,7

CVIII-II	1392,1	1063	145,9	917,1	23,6
CVIII-III	1359,6	1050,4	143,1	907,3	22,7

Tabela 6. Média da concentração (ppm F) de flúor total, flúor solúvel total, flúor iônico, flúor ionizável e porcentagem de flúor insolúvel encontradas nas amostras analisadas do Careiro da Várzea.

Terceira análise Careiro da Várzea:

Amostras	Flúor Total	Flúor Solúvel Total	Flúor Iônico	Flúor Ionizável	% Flúor Insolúvel
CVI-I	-	-	-	-	-
CVI-II	1162,9	1039,3	102,9	936,5	10,6
CVI-III	1192,5	1026,7	105,5	921,2	13,9
CVII-I	1192,3	1009,5	121,5	888,0	15,3
CVII-II	1228,7	985,6	114,7	870,9	19,8
CVII-III	1222,2	1009,3	127,7	881,6	17,4
CVIII-I	1266,8	1003,5	131,8	871,7	20,8
CVIII-II	1287,8	1007,5	139,7	867,8	21,8
CVIII-III	1192,3	1035,0	130,4	904,6	13,2

Tabela 7. Média da concentração (ppm F) de flúor total, flúor solúvel total, flúor iônico, flúor ionizável e porcentagem de flúor insolúvel encontradas nas amostras analisadas do Careiro da Várzea.

Quarta análise Careiro da Várzea:

Amostras	Flúor Total	Flúor Solúvel Total	Flúor Iônico	Flúor Ionizável	% Flúor Insolúvel
CVI-I	-	-	-	-	-
CVI-II	1318,6	1013,9	104,5	909,5	23,1
CVI-III	1351,7	1019,6	113,4	906,1	24,6
CVII-I	-	-	-	-	-
CVII-II	1457,8	971,5	121,8	849,7	33,4
CVII-III	1369,9	963,0	118,7	844,3	29,7
CVIII-I	1349,6	992,2	133,2	859,0	26,5
CVIII-II	1264,7	916,0	125,1	790,9	27,6
CVIII-III	1371,6	1006,3	134,0	872,3	26,6

Tabela 8. Média da concentração (ppm F) de flúor total, flúor solúvel total, flúor iônico, flúor ionizável e porcentagem de flúor insolúvel encontradas nas amostras analisadas do Careiro da Várzea.

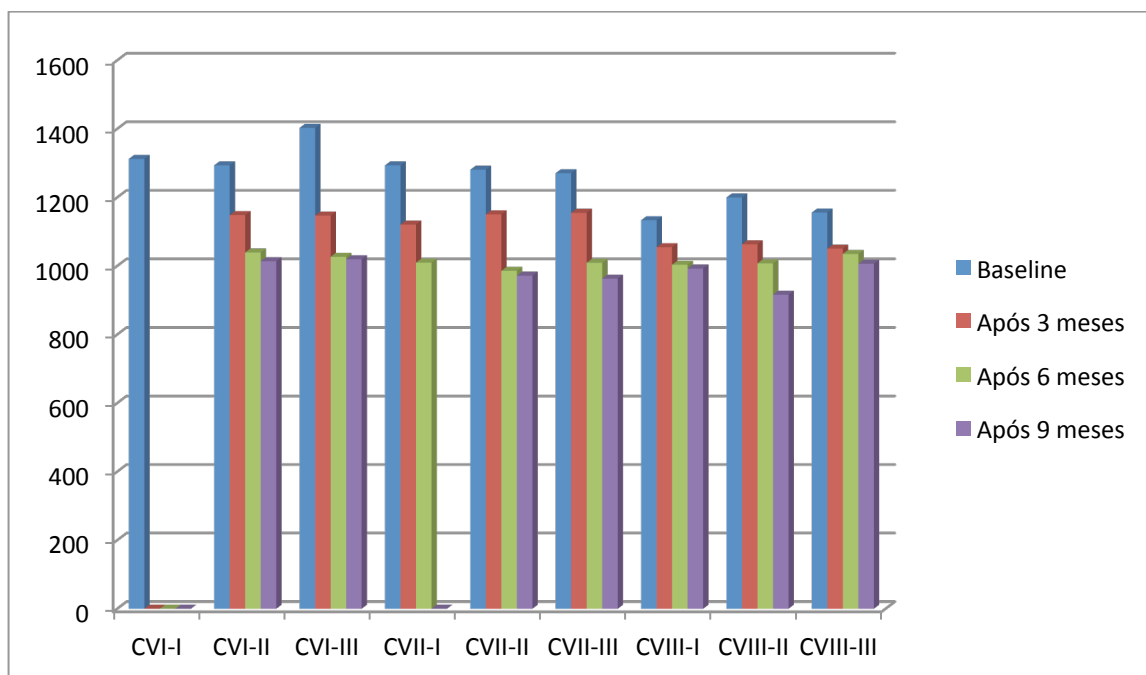


Figura 2 – Ilustração gráfica das médias das concentrações de Flúor Solúvel Total (FST) encontradas e das análises realizadas para os dentifícios do Careiro da Várzea.

Análise estatística:

Para a análise dos dados realizou-se previamente teste de *Shapiro Wilk* para verificação da normalidade dos mesmos. Na sequência, foi feito o teste Anova *one way*, seguido do teste de *Tukey* para comparação das médias obtidas. Para todas as análises considerou-se nível de significância de 0,05. Para a análise foi usado o software SAS 9.1.

Para os dados obtidos a partir do município de Boa Vista temos a seguinte tabela:

Tabela 9 - Média (Desvio-padrão) da concentração (ppm F) de flúor total, flúor solúvel total, flúor iônico, flúor ionizável e porcentagem de flúor insolúvel encontradas nas amostras analisadas em Boa Vista.

Variável	Tempo			
	1	2	3	4
Ftotal n=3	1177,60 (11,61) a	1050,30 (99,27) a	988,27 (68,69) a	994,93(186,88) a
Fsolúvel n=3	1059,03 (29,39) a	939,10 (82,42) ab	871,97 (52,86) b	790,80 (87,82) b
Fiônico n=3	145,77 (3,52) a	124,27 (5,69) b	115,27 (4,60) b	113,10 (11,83) b
Fionizável n=3	913,23 (30,28) a	814,93 (77,45) ab	756,70 (50,14) ab	677,67 (77,05) b
Finsolúvel n=3	10,10 (1,65) a	10,57 (0,75) a	11,70 (2,42) a	19,67 (7,00) a

Letras minúsculas distintas na linha significam diferença estatística pelo teste Anova oneway/Tukey ($p < 0,05$).

Para os dados obtidos no município de Careiro da Várzea temos a seguinte tabela:

Tabela 10 - Média (Desvio-padrão) da concentração (ppm F) de flúor total, flúor solúvel total, flúor iônico, flúor ionizável e porcentagem de flúor insolúvel encontradas nas amostras analisadas em Careiro da Várzea.

Variável	Tempo			
	1	2	3	4
Ftotal n=8	1409,20 (45,03) a	1366,25 (12,11) a	1218,19 (42,07) b	1354,84 (58,57) a
Fsolúvel n=8	1260,15(84,01) a	1111,14 (46,93) b	1014,55 (17,89) c	983,21 (36,38) c
Fiônico n=8	140,74 (16,52) a	131,25 (15,62) a	121,77 (13,10) a	121,53 (10,56) a
Fionizável n=8	1119,42 (98,08) a	979,86 (60,72) b	892,79 (25,50) bc	861,68 (40,49) c
Finsolúvel n=8	10,68 (5,91) c	18,64 (3,71) b	16,60 (4,00) b	27,36 (3,39) a

Letras minúsculas distintas na linha significam diferença estatística pelo teste Anova oneway/Tukey ($p < 0,05$).

5. DISCUSSÃO

O dentifrício fluoretado foi considerado o fator comum em diversos países que apresentaram o declínio na prevalência de cárie dentária, observado ao longo das últimas décadas do século XX. Logo, tornou-se o principal método de prevenção da doença, pois alia a remoção do biofilme dental à exposição constante ao flúor. Porém para que seja efetivo no controle da cárie é necessário que o flúor esteja na forma ativa e tenha estabilidade. (CONDE, REBELO, CURY, 2003).

O presente estudo analisou, em laboratório, a concentração iônica de flúor em dentifrícios da marca Sorriso[®], contendo flúor na forma ionizável de MFP com o abrasivo carbonato de cálcio, os quais apresentavam a concentração de 1500 ppmF descrita no rótulo.

Os resultados demonstraram o quanto é importante uma boa estabilidade do flúor. Em nove meses, a concentração de flúor total presente nos dentifrícios de Boa Vista e Careiro da Várzea não sofreu redução significativa. Porém, podemos concluir que os dentifrícios dos dois municípios estavam com a concentração abaixo do especificado no rótulo, mas de acordo com a Resolução nº 79 de 28 de agosto de 2000, em vigor atualmente, a qual especifica que os dentifrícios devem conter no máximo 0,15% de flúor em qualquer de suas formas (1500 ppmF).

O flúor solúvel total, flúor com atividade terapêutica anticárie, obteve uma redução na concentração de 25% em nove meses nos dentifrícios de Boa Vista e 21% nos dentifrícios do Careiro da Várzea. Porém, como a concentração mínima necessária para o dentifrício ter efetividade anticárie é de 1000 ppmF quimicamente solúvel, pode-se concluir que a partir da segunda análise, após três meses de armazenamento, os dentifrícios de Boa Vista e a partir da quarta análise, após nove meses de armazenamento, os dentifrícios do Careiro da Várzea já não apresentavam eficácia anticárie (WALSH et al., 2010).

A redução na concentração de flúor solúvel total deve-se à formulação, pois com o decorrer do tempo o MFP é submetido à hidrólise, ou seja, o flúor ligado covalentemente ao fosfato é liberado e reage com o cálcio do abrasivo contido no dentifrício (carbonato de cálcio), formando fluoreto de cálcio dentro do tubo, diminuindo a quantidade ativa do produto. A estratégia para garantir uma eficácia anticárie, deste dentifrício, é produzir o mesmo com a concentração máxima permitida por lei de 0,15% de flúor. Logo, a inativação de flúor pelo abrasivo seria compensada, durante o período de validade do produto (usualmente 03 anos). Porém, no presente estudo, isto não foi o suficiente para manter o efeito anticárie dos dentifrícios ao longo de toda sua validade, pois após um tempo de armazenamento esses dentifrícios perderam o seu poder anticárie, como visto em outros estudos (CONDE, REBELO, CURY, 2003; TENUTA, CURY, 2004).

Outro fator a ser discutido é a remoção do termo “flúor solúvel” da resolução de 2000, o que torna possível a comercialização de produtos contendo concentrações abaixo da que contém eficácia anticárie, assim como também possibilita a comercialização de dentifrícios com flúor insolúvel, ou seja, sem efeito terapêutico contra a doença. Apesar disso, os dentifrícios estudados estavam de acordo com o ideal em termos de prevenção e controle da cárie, no início do estudo. Apresentando alteração somente no decorrer do trabalho, devido ao tempo de armazenamento.

Portanto, a continuidade do controle da concentração iônica de flúor em dentifrícios é de extrema importância, não só visando a regulamentação de um máximo de 0,15% de flúor, como também de garantir que este flúor esteja na forma ativa, solúvel, e que contenha um mínimo de 1000 ppmF ao longo de todo o seu tempo de uso, para garantir um efeito terapêutico anticárie à população.

6. CONCLUSÃO

Os dentifrícios fluoretados analisados no início do estudo atendiam a Resolução nº 79 de 2000 da ANVISA, Brasil. Porém com o decorrer do tempo de armazenamento destes dentifrícios nas escolas em Boa Vista e no Careiro da Várzea, os mesmos demonstraram instabilidade, apresentando valores abaixo do requerido para o efeito anticárie. Diante do exposto, torna-se necessário o controle da concentração de flúor nos dentifrícios utilizados em programas escolares de forma sistemática, além do controle do estoque dos dentifrícios, de forma a reduzir seu tempo de armazenamento nas escolas.

Sugere-se ainda a reformulação da regulamentação nacional de forma a normatizar não apenas a concentração total de flúor, mas também a concentração do flúor solúvel, para garantir a eficácia do dentifrício no controle da doença cárie.

REFERÊNCIAS

ANVISA, Agência Nacional de Vigilância Sanitária, Ministério da Saúde do Brasil. Resolução RDC nº 79, de 28 de agosto de 2000.

BARDAL PAP, OLYMPIO KPK, CARDOSO VES. Evaluation of Total pH and Soluble and Ionic Fluoride Concentrations in Dentifrices Commercially Available in Brazil. **Oral Health Prev Dent**, v. 1, n. 4, p. 283-289, 2003.

BENZIAN H, HOLMGREN C, BUIJS M et al. Total and free available fluoride in toothpastes in Brunei, Cambodia, Laos, the Netherlands and Suriname. **International Dental Journal**, v.62, p. 213-221, 2012.

CONDE NCO, REBELO MAB, CURY JA. Evaluation of the fluoride stability of dentifrices sold in Manaus, AM, Brazil. **Pesqui Odontol Bras**, v. 17, n. 3, p. 247-53, 2003.

CURY JA, TENUTA LMA, RIBEIRO CCC et al. The importance of fluoride dentifrices to the current dental caries prevalence in Brazil. **Braz Dent J**, v.15, n.3, p.167-174, 2004.

CURY JA, OLIVEIRA MJL, MARTINS CC et al. Available Fluoride in Toothpastes Used by Brazilian Children. **Braz Dent J**, v. 21, n. 5, p. 396-400, 2010.

RICOMINI FILHO AP, TENUTA LMA, FERNANDES FSF et al. Fluoride Concentration in the Top-Selling Brazilian Toothpastes Purchased at Different Regions. **Braz Dent J**, v. 23, n. 1, p. 45-48, 2012.

TENUTA, LMA; CURY, J.A. **Fluoreto da ciência à prática clínica**. In: Assed S. (Org.). Bases científicas para a prática clínica, p.113-152, 2005.

RIPA LW. A critique of topical fluoride methods (dentifrices, mouthrinses, operator-, and self-applied gels) in an era of decreased caries and increased fluorosis prevalence. **J Public Health Dent**, v. 51, n. 1, p. 23-41, 1991.