

## TRABAJO PRÁCTICO N°3 DETERMINACIÓN DE FLUORUROS

### INTRODUCCIÓN GENERAL

El fluoruro es un elemento muy importante para las personas, considerado indispensable por su efecto en el esmalte dental, confiriéndole a través de varios mecanismos una mayor resistencia a las caries dental. Debido a la fluoruración del agua potable, el uso de pastas dentales con fluoruro y a un mayor uso de fluoruro en la cadena alimenticia, la frecuencia de las caries han disminuido en un 50% en los últimos 15 años. Además, en la etapa de desarrollo y crecimiento de las personas, este nutriente junto al calcio y otros minerales, contribuyen a formar y estabilizar la estructura sólida de los huesos.

Existen distintos métodos que se aplican en la medición del flúor:

A) Método colorimétrico, que consiste en la reacción del flúor presente en la muestra, previamente acidificada, con nitrato de torio, para formar un complejo que se colorea con el indicador rojo de alizarina; luego, la determinación se realiza por comparación del color obtenido en la muestra frente a un estándar de flúor de concentración conocida. Esta técnica cuantitativa requiere que la cantidad adicionada de nitrato de torio sea exactamente la misma tanto en la muestra como en el estándar y que la comparación del color se realice en el punto final de la reacción.

B) Método por cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC) con detección ultravioleta,

C) Método por ión selectivo. Utiliza un electrodo sensible al fluoruro, mide potencial eléctrico que se desarrolla entre el líquido a medir y un estándar interno de fluoruro. Se utiliza un potenciómetro para amplificar el potencial y un electrodo de referencia.

Idealmente los resultados de los análisis de Fluoruro son corroborados por al menos dos métodos analíticos, los cuales difieren ampliamente en relación al pretratamiento de la muestra, separación y concentración del fluoruro y el modo final del análisis de este. Cuando el Fluoruro ha sido separado de sus interferentes, con procedimientos apropiados, puede ser analizado directamente por espectrofotometría o fluorometría. Estos métodos son rápidos y más convenientes que el electrodo de fluoruro.

### DETERMINACION DE FLUORURO POR METODO POR IÓN SELECTIVO.

El método por ión selectivo, se basa en la medida del potencial de una solución que contiene iones fluoruro, cuando se sumerge dentro de ella un electrodo específico para fluoruro y uno de referencia, creándose una corriente eléctrica entre la muestra y la solución interna del electrodo de ión selectivo, cuyo potencial será la medida de la concentración de fluoruro. Debido a la relativa sencillez de este último método (las muestras no necesitan un tratamiento demasiado complicado antes de la lectura) y a su menor costo operativo (permite medir aisladamente el anión fluoruro).

Elementos que interfieren con las mediciones:

#### Interferencias negativas:

Alcalinidad	> 5000 mg/L
Aluminio	> 0.1 mg/L
Fierro, férrico	> 10 mg/L

#### Interferencias positivas:

Cloro	>700 mg/L
Ortofosfato	> 16 mg/L
Hexametafosfato de Sodio	> 1.0 mg/L
Sulfato	> 200 mg/L

Muestras altamente coloreadas y turbias pueden requerir destilación

Muestras altamente alcalinas pueden ser neutralizadas con ácido nítrico.

#### Objetivos :

- Determinar la concentración de fluoruro en distintas muestras.

**Reactivos:**

*Solución TISAB: es una solución buffer que se agrega tanto a estándares como muestras con el objetivo de estabilizar pH y eliminar interferencias*

*Estándares de Fluoruro de Sodio: Soluciones de fluoruro en concentraciones de 0.1 ppm, 1 ppm y 10 ppm.*

*Kit de creatinina. Es set comercial que permite la determinación de creatinina en orina mediante un método espectrofotométrico.*

*Materiales: Matraces aforados, vasos de precipitado, pipetas, Agitador, Magnetos, Agua destilada, ionómetros o pHmetro adaptado con electrodo de fluoruro. Muestras de orina de preescolares y enjuagatorios.*

*Calibración del equipo: Su ayudante procederá a calibrar el ionómetro utilizando las soluciones estándares de 0.1 ppm, 1*

*ppm y 10 ppm lo que permitirá realizar mediciones en esos rangos*

**Determinación de fluoruro en enjuagatorios.** *Al enjuagatorio seleccionado determine la cantidad de fluoruro que declara en la etiqueta. Enseguida calcule la dilución a realizar para poder utilizar la curva de calibración preparada que va de 0.1 a 10 ppm de fluoruro. A continuación tome 5 ml de la dilución del colutorio agregue igual volumen de TISAB y proceda a leer en el ionómetro la cantidad de fluoruro. Con el valor anterior y utilizando la dilución realizada proceda a calcular la cantidad de fluoruro presente en el enjuagatorio. Compare*

## **DETERMINACIÓN FOTOCOLORIMÉTRICA DE FLUORURO EN AGUA MÉTODO DE SPANDS**

**Introducción:**

*El análisis de fluoruros en el agua se relaciona con la determinación de la cantidad del ion fluoruro presente en la solución, independiente de la fuente de tal ion. Es posible que este provenga de compuestos de fluoruro que se encuentran en el agua en forma natural, o de los compuestos de fluoruro o de sílico-fluoruro agregados al agua.*

*Los métodos fotométricos o fotocolorimétricos son sensibles a cantidades mínimas de fluoruro y de fácil aplicación*

**Objetivos :**

- *Determinar la concentración de fluoruro en agua.*
- *Comparar la concentración de fluoruro en aguas de distinto origen*

**Materiales y reactivos:**

- *Equipo: Fotómetro multipropósito HANNA C 200.*
- *Reactivos: SPANDS, sal trisódica del ácido 1,8-dihidroxi-2-(4-sulfenilazo)naftalen-3,6-disulfónico .Código HI 93729 de HANNA*
- *Fluoruro de Sodio: NaF 1000 ppm.*
- *Método: La reacción entre el reactivo de SPANDS y el fluoruro produce una coloración roja que es leída en el fotómetro a una longitud de onda de 575 nm.*
- *Soluciones reactivo:*
- *Solución Patrón: Tomar 1 ml de NaF y llevar a 100 ml en matraz aforado, obteniendo una solución de 10 ppm de fluoruro.*
- *Muestras a investigar: Agua Sector Santiago Centro, Agua Sector Iquique.*
- *Materiales: Cubetas graduadas HANNA, Matraces aforados, vasos de precipitado, pipetas, Micro pipeta.*

## **Procedimiento Experimental:**

**a) Espectrofotómetro.**

- 1- *Rotule tubos de ensayo o matraces de aforo de 10 ml.*
- 2- *Mezcle el reactivo SPANDS y soluciones standard o de muestra en los tubos rotulados anteriormente, según la tabla n°1.*
- 3- *Agite la mezcla*
- 4- *Lea absorbancia a 575 nm , utilice agua destilada como blanco para ajustar Absorbancia a 0,00 (100 % transmitancia).*
- 5- *Registre los valores en la tabla n°2 y grafique en papel milimetrado concentración de fluoruro (ppm) v/s Absorbancia y calcule a partir de estos datos la ecuación de regresión correspondiente.*
- 6- *Con la curva de calibración determine la concentración de fluoruro en las muestras analizadas.*

Tabla n° 1 Identificación de tubos para curva de calibración y muestras								
	Tubo 1	Tubo 2	Tubo 3	Tubo 4	Tubo 5	Tubo 6	Tubo 7	Tubo 8
<i>Reactivos</i>	<i>St. 1</i> <i>(1,5 ppm)</i>	<i>St. 2</i> <i>(1,0 ppm)</i>	<i>St. 3</i> <i>(0,5 ppm)</i>	<i>St. 4</i> <i>(0,1 ppm)</i>	<i>Blanco</i>	<i>Muestra 1</i>	<i>Muestra 2</i>	<i>Muestra 3</i>
<i>SPANDS</i>	<i>0,5 ml</i>	<i>0,5 ml</i>	<i>0,5 ml</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>0,5 ml</i>	<i>0,5 ml</i>	<i>0,5 ml</i>
<i>Standard 1,5 ppm</i>	<i>9,5 ml</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>
<i>Standard 1,0 ppm</i>	<i>--</i>	<i>9,5 ml</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>
<i>Standard 0,5 ppm</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>9,5 ml</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>
<i>Standard 0,1 ppm</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>9,5 ml</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>
<i>Agua Destilada</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>10 ml</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>
<i>Muestra 1</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>9,5 ml</i>	<i>--</i>	<i>--</i>
<i>Muestra 2</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>9,5 ml</i>	<i>--</i>
<i>Muestra 3</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>--</i>	<i>9,5 ml</i>

Tabla n°2 Registro de lecturas.			
<i>Muestra o Estándar</i>	<i>Transmitancia a 560 nm</i>	<i>Absorbancia a 560 nm</i>	<i>Conc. Fluoruro ppm</i>
<i>Standard 1,5 ppm</i>			
<i>Standard 1,0 ppm</i>			
<i>Standard 0,5 ppm</i>			
<i>Standard 0,1 ppm</i>			
<i>Muestra 1</i>			
<i>Muestra 2</i>			
<i>Muestra 3</i>			

## **b) Fotómetro**

- 7- Encender Fotómetro HANNA C 200.
- 8- Seleccionar el programa correspondiente a Fluoruro.
- 9- Poner 2 ml de reactivo SPANDS en dos cubetas graduadas HANNA.
- 10- Agregar 8 ml de agua destilada a la cubeta 1 (Blanco de muestra), tapar y mezclar.
- 11- Agregar 1 ml de Solución patrón 10 ppm a la cubeta 2 (Adición Estándar).
- 12- Adicionar 7 ml de la muestra a medir a la cubeta 2, tapar y mezclar.
- 13- Colocar la cubeta 1 en el equipo, Presionar TIMER y esperar 2 minutos.
- 14- Presionar el botón ZERO y espera a que aparezca -0.0-.
- 15- Colocar la cubeta 2 en el equipo, Presionar READ DIRECT.
- 16- La lectura corresponde a mg/L

## **Bibliografía**

1. Yévenes I, Reyes J, Sánchez U, Sanza H. Estudio y determinación de fluoruros, triclosán y citrato de zinc en dentífricos. Av. Odontostomatol. 1999; 15:433-444 (ESPAÑA).
2. Haffé, M.: Zischr Physiol Chem. 1986;10:391.
3. Villa Alberto. Un nuevo método para determinar excreción urinaria de fluoruro a nivel comunitario en preescolares. Odontología Chilena. 1994, 42(1):28-31.
4. Yévenes I. y Col. .Estudios de excreción urinaria de flúor y del uso de pastas dentales y otras fuentes de fluoruros en los niños preescolares. Regiones I, III, IV, V, VII, XI y XII, , Ministerio de Salud, 1997-1998.