



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**CUANTIFICACIÓN DE ION FLÚOR EN SAL DE USO Y
CONSUMO HUMANO POR MÉTODO POTENCIOMÉTRICO
UTILIZANDO UN ELECTRODO COMBINADO DE ION
SELECTIVO**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
QUÍMICO FARMACÉUTICO BIÓLOGO**

PRESENTA

HÉCTOR MICHEL GALINDO HERNÁNDEZ



CIUDAD UNIVERSITARIA, CDMX

2017



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE: Profesora: ELBA ROJAS ESCUDERO

VOCAL: Profesora: SILVIA CITLALLI GAMA GONZÁLEZ

SECRETARIO: Profesor: MIGUEL ROCHA QUIRÓZ

1er. SUPLENTE: Profesora: MARÍA ROSA GONZÁLEZ TEPALE

2° SUPLENTE: Profesora: CLAUDIA INÉS RIVERA CÁRDENAS

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

COMISIÓN DE CONTROL ANALÍTICO Y AMPLIACIÓN DE COBERTURA (CCAYAC)

ASESOR DEL TEMA:

I.Q. MIGUEL ROCHA QUIRÓZ

SUPERVISOR TÉCNICO:

IMM. EUSEBIO MÁRQUEZ ESPINOZA

SUSTENTANTE:

HÉCTOR MICHEL GALINDO HERNÁNDEZ

ÍNDICE

	Tabla de contenidos	Página
1. INTRODUCCIÓN		
2. ANTECEDENTES		
2.1. Flúor		2
2.2. Flúor en el organismo		3
2.3. Dientes		5
2.4. Sistema Óseo		6
2.5. Intoxicación crónica por flúor		7
2.5.1. Fluorosis dental		7
2.6. Terapia con flúor		8
2.6.1. Fluoroterapia en tratamiento de osteoporosis		8
2.7. Métodos de determinación de iones fluoruros		8
2.7.1. Método SPANDS		8
2.7.2. Método potenciométrico		9
2.8. Electrodo de ion selectivo		9
2.9. Tipos de electrodos de ion selectivo		10
2.9.1. Electrodo de membrana de vidrio		10
2.9.2. Electrodo de estado sólido		10
2.9.3. Electrodo basados en líquidos		10
2.10. Electrodo de ion selectivo a fluoruros		11
2.11. Legislación Sanitaria de la sal de mesa en México		15
3. OBJETIVOS		
3.1. Objetivo general		16
3.2. Objetivos específicos		16
4. HIPÓTESIS		16
5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL		
5.1. Reactivos		17
5.2. Equipos		17
5.3. Materiales		17

5.4.	Disoluciones	18
5.5.	Método I. Con digestión ácida	18
5.5.1.	Curva de calibración	18
5.5.2.	Preparación de muestras	19
5.5.3.	Controles de calidad	19
5.5.4.	Calibración del potenciómetro	19
5.5.5.	Medición de la curva de calibración y muestras de sales	19
5.6.	Método II. Sin digestión ácida	20
5.6.1.	Curva de calibración	20
5.6.2.	Preparación de muestras	21
5.6.3.	Controles de calidad	21
5.6.4.	Calibración del potenciómetro	21
5.6.5.	Medición de la curva de calibración y muestras de sales	21
6.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	
6.1.	Curva de calibración	22
6.2.	Método I. Con digestión ácida	26
6.3.	Método II. Sin digestión ácida	27
7.	CONCLUSIONES	32
8.	ANEXOS	
	Anexo I. Cálculos	33
	Anexo II. Listado de municipios y estados donde no se debe comercializar la sal yodada-fluorada	34
	Anexo III. Glosario	38
	Anexo IV. Símbolos y Abreviaturas	43
	BIBLIOGRAFÍA	44

1. INTRODUCCIÓN

La fluoración de la sal de mesa es un método preventivo de salud pública que se usa con éxito en varios países en el mundo para brindar a la población protección contra la caries dental. En México, esta medida se implementó por primera vez en algunas zonas del país en 1981 y, posteriormente, se aplicó a escala nacional.

La NOM-040-SSA1-1993, incluye las especificaciones nutrimentales que debe cumplir la sal para el consumo humano y determina que la sal con Yodo y Flúor se etiqueta con una franja roja y la sal que sólo contiene Yodo con franja amarilla.

Esta medida debe ser implementada por los productores, envasadores y distribuidores de sal, con el fin que la sal con flúor no sea distribuida en los municipios donde no se requiere, ya que en México existen lugares donde los niveles de flúor en el agua son muy elevados y un exceso en su consumo puede ocasionar “fluorosis”, enfermedad caracterizada por manchas en los dientes.

Existen varias técnicas analíticas para determinar la cantidad de flúor presente en la sal de mesa, entre las cuales se encuentran los volumétricos, potenciométrico y espectrofotométricos.

En el presente trabajo se realizó la cuantificación de ion flúor en sal de uso y consumo humano por método potenciométrico utilizando un electrodo de ion selectivo de Flúor en dos métodos analíticos diferentes, uno realizando digestión ácida y otro sin digestión ácida.

2. ANTECEDENTES

2.1. Flúor

El flúor es el elemento con número atómico 9 del grupo VII A de la tabla periódica con peso atómico 18.99 g/mol, densidad de 1.11 g/mL, valencia -1, electronegatividad 4, es muy corrosivo y pertenece al grupo de los halógenos, no se encuentra libre en la naturaleza debido a su fuerte electronegatividad.

El flúor es un elemento bastante extendido en la naturaleza, encontrándose en rocas volcánicas y suelos ricos en fosfato cálcico. Se encuentra siempre unido a otros elementos, como la fluorita o espato flúor (CaF_2), la creolita (Na_3AlF_6) o fluororaluminato sódico y apatito [$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$]. Las aguas naturales minerales, según la naturaleza del suelo, pueden contener concentraciones variables de fluoruro. Cuando el agua pasa sobre o a través de depósitos de estos u otros compuestos similares que contienen fluoruros, parte de ellos se disuelven en el agua aportando cierta cantidad (mg/L) de fluoruros y otros iones.

También contienen flúor los mariscos y pescados, los vegetales y el té entre otros alimentos, así como el aire contaminado por las emisiones volcánicas, zonas de gran actividad industrial por la fabricación de aluminio, los abonos fosfatados y las industrias cerámicas entre otros. ^[1]

2.2. Flúor en el organismo

El ion fluoruro puede incorporarse en los seres humanos por vía sistémica y local. La vía sistémica involucra a los iones fluoruros que se adicionan al agua de consumo, o que se encuentran en forma natural en ella, asimismo a la sal fluorada, las gotas de fluoruro, las tabletas fluoradas, la leche fluorada, el azúcar fluorada, y algunos alimentos, entre otros. La vía local incluye a los colutorios de fluoruro, pastas de dientes adicionadas con fluoruros, geles de fluoruros, soluciones tópicas de fluoruros y barnices fluorados. En el organismo humano del total de fluoruro absorbido, el 99% se encuentra en los huesos y dientes y el 1 % se distribuye en los tejidos blandos del organismo.

El fluoruro actúa sobre los dientes transformando parte de la hidroxiapatita del esmalte dental, que es sensible a los ácidos producidos por la descomposición de los restos de comida en los dientes, en fluorapatita, siendo ésta inerte ante los ácidos.

El fluoruro puede ser rápidamente absorbido en el cuerpo humano, sin embargo, algunos factores pueden retardar o reducir este proceso. Experimentos en ratas han demostrado una lenta absorción del fluoruro por arriba de 2.5 horas, dependiendo si es ingerido en alimentos, bebidas o tabletas lentamente disueltas, sin embargo, la absorción puede acelerarse cuando el pH es ácido, ya que el ácido fluorhídrico (HF), ácido débil, es no ionizado y los iones no fluorados pueden permear las paredes celulares. Esto explica porque el ion flúor, a diferencia de muchos nutrientes, es absorbido en gran parte desde el estómago cuando el ácido clorhídrico (HCl) del jugo gástrico conducirá a la formación de HF y puede en condiciones favorables

como un estómago vacío convertir la mayoría del fluoruro en HF. El 45% de fluoruro se encuentra circulante en el plasma y se deposita en tejidos calcificados por sustitución del ion hidroxilo. La absorción es rápida en plasma, alrededor de 1 hora de haber ingerido fluoruro y en ausencia de calcio la absorción es completa. Si hay presencia de calcio, por ejemplo, si se bebe con leche, la absorción es grandemente reducida hasta en un 60-70%, es decir, la biodisponibilidad que representa la cantidad de fluoruro disponible para poder ser absorbido, se ve afectada por los iones de calcio; cantidades elevadas de aluminio y magnesio también reducen la absorción del fluoruro; otro factor de lenta absorción de fluoruro es la presencia de sacarosa, probablemente porque estimula la secreción de jugos gástricos que diluyen al fluoruro. La absorción del fluoruro ocurre por simple difusión del HF. La mayor parte del fluoruro que se retiene lo absorbe el esqueleto. Para un adulto que bebe de 1,000 a 1,200 mL/día de agua con 1 ppm de flúor, la ingestión diaria a partir de esta fuente será 1.0 a 1.2 mg. El resto de la dieta proporciona alrededor de 1 mg por día. El ion fluoruro es excretado por la orina, sudor y heces. La principal vía de excreción es la orina y el nivel de ion fluoruro excretado por esta vía es ampliamente considerado como uno de los mejores indicadores de ingesta de fluoruro. La excreción de fluoruro por el riñón es proporcional al contenido de fluoruro en el agua de ingesta. ^[2]

2.3. Dientes

La presencia de fluoruro en la superficie dental reduce la solubilidad del esmalte, dándole mayor dureza y haciéndolo más resistente a la acción de los ácidos y por ende a la producción de caries dental.

Además tiene efecto sobre las bacterias formadoras de las caries dentales inhibiendo su metabolismo, su adhesión y agregación a la placa bacteriana.

En dosis muy pequeñas, los fluoruros tienen la propiedad de reducir en más de un 50 % el número de caries y de limitar todavía en mayor proporción la gravedad del problema de la caries dental en la población.

El ion fluoruro reacciona rápidamente con el calcio del esmalte, formando fluoruro de calcio (CaF_2), así el ion flúor reacciona con los cristales de hidroxiapatita dando como resultado un aumento a la resistencia del esmalte. [3]

Actualmente existen procedimientos eficaces para incorporar dicho ion a la superficie del esmalte del diente ya brotado mediante aplicaciones tópicas de flúor en la clínica dental. Con esta forma de tratamiento se espera mejorar la higiene dental, en primer lugar por sus efectos locales en la superficie del diente y secundariamente, por la retención y la absorción de ion flúor después de cada aplicación.

El efecto protector parece depender tanto del método de aplicación como de factores tales como el tiempo transcurrido desde la erupción, la limpieza de los dientes antes de la aplicación, el aporte de fluoruro procedente de otras fuentes.

La incorporación de fluoruros a las pastas dentífricas facilita la aplicación diaria y casi automática de flúor, aunque evidentemente sólo se benefician de ella las personas que se cepillan los dientes con regularidad. [4]

2.4. Sistema óseo

Se conoce en la literatura que el fluoruro estimula a los osteoblastos para producir más matriz ósea pero el suministro de calcio y potasio puede hacer más lenta la mineralización.

En concentraciones de 4 mg/kg de fluoruro o mayores se pueden encontrar cambios detectables en la composición química del hueso. Hay quizás un aumento de alrededor de 1 a 4% en las cenizas de hueso, alrededor de 10% de disminución de carbonato, y un 15% de aumento de magnesio. En mediciones de difracción de rayos X se muestran líneas de amplitud reducida del patrón de apatita, lo cual indica un aumento en el tamaño del cristal o una tensión no homogénea reducida, o ambas. Una reducción en el tamaño del cristal podría explicar la disminución en el contenido de carbonato y magnesio si estos iones se unen de manera parcial o total a la superficie del cristal. [15]

En la literatura también se señala que con dosis de 5 a 20 mg/día de fluoruro se observan padecimientos óseos, de igual manera en un reporte se asegura que con 3 a 6 mg/kg de fluoruro se puede presentar fluorosis ósea. Hay evidencias convincentes de que el fluoruro sigue acumulándose en una proporción muy lenta en el esqueleto durante toda la vida, si una persona radica en un área de altas concentraciones de fluoruro en el agua de ingesta, formando fluorapatita en el hueso de la misma manera que en el esmalte

dental. Se han observado síntomas preclínicos en personas que ingieren altas dosis de fluoruro, como artralgias, mialgias, lumbalgias y artritis entre otros, y que son raramente diagnosticados por los médicos como intoxicación por fluoruro en etapa inicial. Dependiendo de la enfermedad ósea son las características radiográficas. [5]

2.5. Intoxicación crónica por flúor

2.5.1. Fluorosis dental

La fluorosis dental se manifiesta clínicamente como una hipoplasia del esmalte con hipo calcificación cuya intensidad depende de las concentraciones de flúor ingerido y del tiempo de exposición a dosis altas, de tal forma que las lesiones se pueden manifestar desde ligeras como son las manchas opacas y blanquecinas de distribución irregular sobre la superficie dental, hasta manchas color marrón acompañadas de irregularidades en el espesor y dureza del esmalte con fisuras y lesiones semejantes a las abrasiones. [6]

La fluorosis dental afecta más a la dentición permanente que a la temporal debido a que la mayor mineralización de la dentición temporal se lleva a cabo durante la gestación, donde la barrera placentaria juega un importante papel.

La determinación de la intensidad de la fluorosis dental se estima desde la presencia de pequeñas líneas blancas poco observables y que afectan a una pequeña porción del esmalte; hasta al puntilleo más severo con un alto grado de pigmentación que va del café claro hasta el café oscuro, donde el compromiso estético es importante. [7]

2.6. Terapia con flúor

2.6.1. Fluoroterapia en tratamiento de osteoporosis

La terapia con fluoruro se inició en 1960. Se utiliza en casos de osteoporosis establecida; es decir, osteoporosis con antecedentes de fracturas y su acción se sustenta en la capacidad que tiene para estimular al osteoblasto que permite el incremento de la masa ósea y la formación de nuevo hueso; sin embargo, el nuevo hueso producido, está compuesto por cristales de fluorapatita mezclados con hidroxapatita, presentando una textura anormal, es menos mineralizado, con menor fuerza y relativamente frágil, siendo muy importante la inestabilidad biomecánica.

El intervalo de las dosis de los tratamientos de fluoruro está entre 40 y 80 mg de NaF por día. En la fluoroterapia, un balance puede encontrarse entre los efectos benéficos de la estimulación de los osteoblastos y la inhibición de la mineralización, afortunadamente se ha encontrado que los defectos de mineralización pueden ser compensados por tratamientos de complementos de calcio que inhiben el incremento de resorción durante la estimulación ósea. [8]

2.7. Métodos de determinación de iones fluoruros

2.7.1. Método SPANDS

Éste método se basa en la reacción entre los iones fluoruro y el complejo colorido de zirconio formando hexafluorozirconato (ZrF_6^{2-}), compuesto incoloro que puede ser medido por espectrofotometría a una longitud de onda de 570 nm. Al aumentar el contenido de fluoruro, la intensidad del color disminuye. [9]

La reacción química del método se muestra en la figura 1. [21]

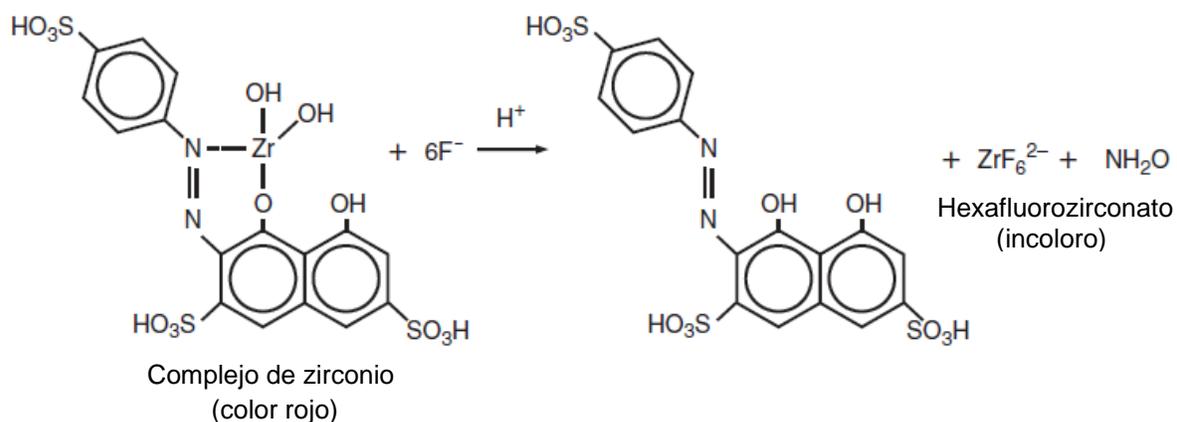


Figura 1. Reacción química del método de SPANDS [21]

2.7.2. Método Potenciométrico

La potenciometría es una técnica analítica electroquímica basado en la medida de la diferencia de potencial entre electrodos sumergidos en una disolución, siendo el potencial de uno de los electrodos función de la concentración de determinados iones presentes en la disolución. La medida de los potenciales de electrodo permite obtener mediante el uso de una curva de calibración la concentración de un analito. [10]

2.8. Electrodo de ion selectivo

Los electrodos de ion selectivo son instrumentos de medición que cuentan con una membrana sensible capaz de medir actividades iónicas. El proceso con el que trabajan los electrodos de ion selectivo es el intercambio iónico, que mide la diferencia de potencial que se produce por el contacto del electrodo con el ion que está siendo analizado. La actividad del ion específico se convierte en potencial eléctrico cuando entra en contacto con la membrana activa del

electrodo de ion selectivo. Una vez que se lleva a cabo esta conversión, el potencial eléctrico puede ser medido con un potenciómetro. ^[11,12]

2.9. Tipos de electrodos de ion selectivo

Existen tres tipos de electrodos de ion selectivo: electrodos de membrana de vidrio, electrodos de estado sólido y electrodos de matriz sólida o líquida.

2.9.1. Electrodos de membrana de vidrio

Realizan la medición de la concentración del ion a través de una membrana de vidrio.

El potencial que obtiene este electrodo resulta del intercambio catiónico y la movilidad de los mismos que producen una acumulación de carga en la interface vidrio-disolución. ^[11]

2.9.2. Electrodos de estado sólido

Este tipo de electrodos cuenta con una membrana iónicamente conductora. Esta membrana se encuentra unida al cuerpo del electrodo y se compone de un material con superficie homogénea que hace una mínima retención de la muestra. ^[11]

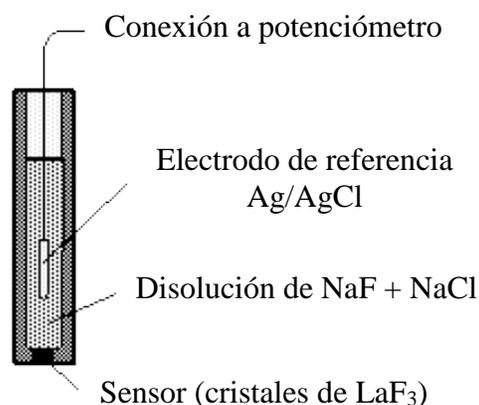
2.9.3. Electrodos basados en líquidos

La membrana selectiva de este tipo de electrodos tiene un intercambiador de iones que está permanentemente fijo al cuerpo del electrodo y envuelto en un material plástico.

La función principal de la membrana de los electrodos de matriz sólida o líquida es la separación de la disolución externa y la interna de la muestra. [11]

2.10. Electrodo de ion selectivo a fluoruros

Está formado en su parte sensora por una membrana que consiste de un cristal de Fluoruro de Lantano (LaF_3) que se ha dopado con fluoruro de europio (EuF_2) para mejorar la conductividad al generar huecos en la red cristalina, por donde el F^- podría moverse.[11] La membrana se sella al final de un tubo de plástico donde se encuentra una cámara interna que contiene un electrodo de *referencia interno* (electrodo de Ag/AgCl) y una disolución interna de fluoruro de sodio 0.1 M y cloruro de sodio 0.1 M (esquema 1).



Esquema 1. Estructura de electrodo de ión selectivo

Al colocar este electrodo en contacto con una disolución de fluoruro se produce una asimetría en la distribución de iones fluoruro a ambos lados que desarrolla un potencial, el cual puede medirse conectando el electrodo de fluoruro a un

electrodo de referencia de Ag/AgCl. El potencial medido depende de la actividad del ion fluoruro en la disolución interna y externa del electrodo. [12]

La ecuación que describe la respuesta del electrodo de ion selectivo a iones fluoruro es: [11]

$$E = k - \beta (0.05916) \log \mathcal{A}_{F^-} \quad \dots \text{Ecuación 1}$$

El parámetro β define la eficiencia electromotriz del sensor, el término k describe un ajuste de potencial debido a la calibración del electrodo en cuestión y \mathcal{A}_{F^-} es la actividad del ion fluoruro. [11]

El potencial medido (E) en la ecuación 1 tiene comportamiento lineal en el intervalo de concentraciones 1 mol/L (disolución saturada de NaF) a 10^{-5} mol/L. En concentraciones de 10^{-5} mol/L o menores, el electrodo se desvía del comportamiento lineal.

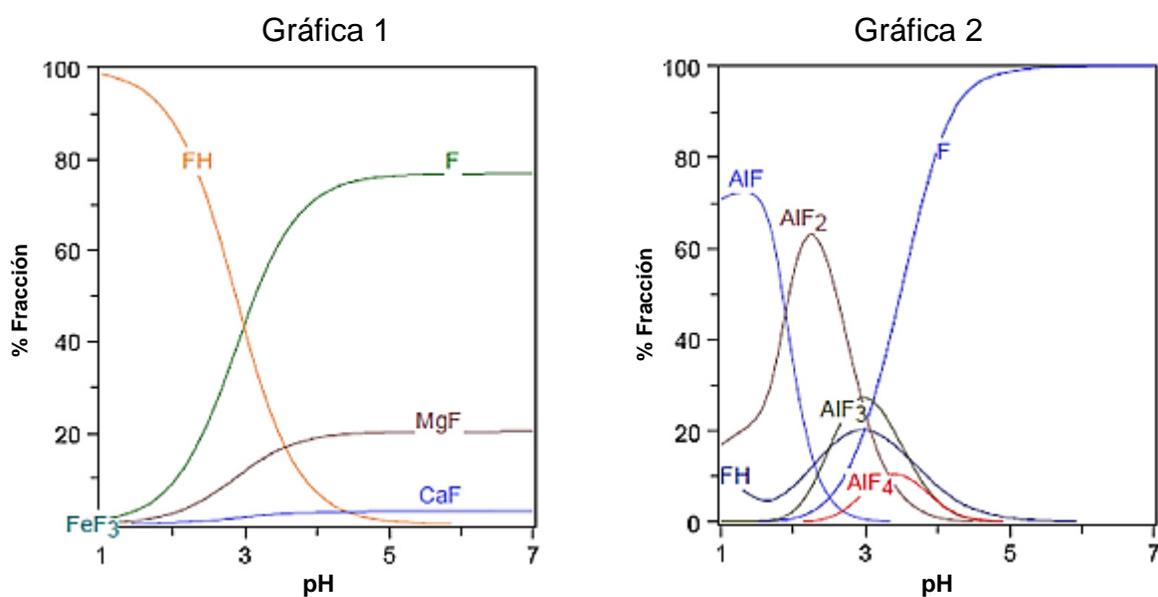
La actividad es proporcional a la concentración total de la muestra, situación que se logra con agregado de disolución reguladora de pH y fuerza iónica (TISAB II). [18]

La disolución de TISAB II debe cumplir básicamente tres condiciones:

1. Ajustar la fuerza iónica (μ) de las muestras. La forma de hacer esto es aumentando la fuerza iónica de tal manera que las diferencias se

minimicen. El agregado de TISAB II establece una fuerza iónica uniforme en todas las muestras y disoluciones estándar, creando en todos un valor constante de coeficiente de actividad (γ), de esta manera la actividad es proporcional a la concentración. [18]

2. Ajustar el valor de pH de manera que se eviten las inferencias producidas por el ion oxhidrilo (OH^-). [18]
3. Complejar cationes que interfieren con la determinación del ion fluoruro como Al^{3+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} (gráfica 1 y 2) [17,18]. En la tabla 1 se muestran los valores de pK_c de cationes que pueden formar complejos con el ion flúor [16], y en la tabla 2 se muestran los valores de pK_c de cationes que forman complejos con CDTA. [22]



Gráfica 1 y 2. Predominio de cationes complejados con ion fluoruro en relación al pH. [17]

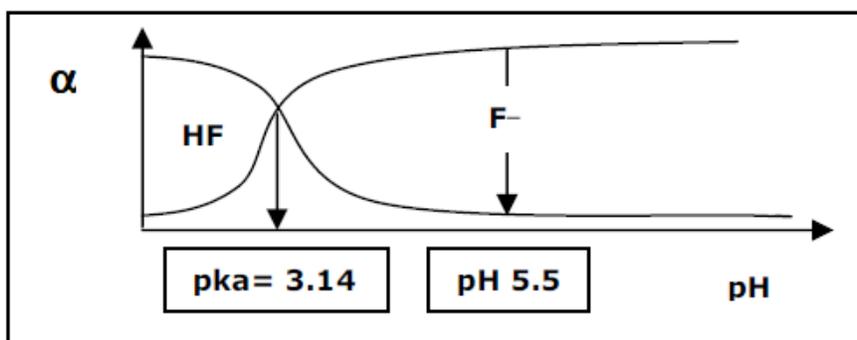
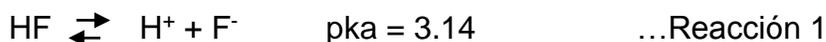
Tabla 1. Valores de constantes de formación de complejos de ion flúor con cationes presentes en la sal de mesa (T= 25°C) [16]

Catión	pKc_1	pKc_2	pKc_3	pKc_4	pKc_5	pKc_6
Al ³⁺	6.10	11.20	15.05	17.75	19.45	19.92
Ca ²⁺	1.04	-	-	-	-	-
Fe ²⁺	6.04	10.74	13.74	15.74	16.10	16.10
Fe ³⁺	5.20	9.20	11.90	13.40	13.70	-
Mg ²⁺	1.82	-	-	-	-	-

Tabla 2. Valores de constantes de formación de complejos de CDTA con cationes presentes en la sal de mesa (T=25°C) [22]

Catión	pKc
Al ³⁺	18.63
Ca ²⁺	12.50
Fe ²⁺	16.27
Fe ³⁺	28.05
Mg ²⁺	10.32

Puesto que el electrodo es sensible únicamente a la actividad de fluoruro libre (reacción 1), el fluoruro puede determinarse a un pH de 5.5 (Gráfica 3). [16]



Gráfica 3. Predominio de las especies de flúor en función de pH

2.11. Legislación Sanitaria de la sal de mesa en México

La norma NOM-040-SSA1-1993 menciona los límites permisibles de flúor y yodo que debe contener la sal de mesa que se distribuye en México. Como una medida de prevención de caries, la norma establece que la sal para consumo humano deberá contener entre 200 - 250 mg de flúor/kg de muestra, a excepción de los estados y municipios que cuentan con niveles superiores a 0.7 ppm de flúor en el agua de abastecimiento en donde sólo se debe distribuir sal yodada. ^[13]

En el anexo II ^[20] se encuentra un listado de los municipios dentro de la República Mexicana en donde los envasadores, distribuidores y comerciantes, no deberán distribuir y/o comercializar sal yodada fluorada (Figura 1).



Figura 1. Comercialización de sal en México ^[19]

3. OBJETIVOS E HIPÓTESIS

3.1. Objetivo general

Cuantificar el ion flúor en sal de uso y consumo humano por la técnica de potenciometría utilizando un electrodo combinado de ion selectivo.

3.2. Objetivos específicos

- Determinar la concentración de ion fluoruro libre en muestras de sal de mesa mediante digestión ácida y sin digestión ácida.
- Seleccionar que método analítico es más eficiente en la determinación de ion fluoruro en sal de mesa.

4. HIPÓTESIS

La adición de ácido clorhídrico liberará el ion fluoruro que se encuentra complejado por iones metálicos presentes en la sal de mesa. La disolución de TISAB II complejará los metales libres minimizando interferencias en la determinación y manteniendo un valor de pH adecuado en la disolución, obteniendo mejores resultados y porcentajes de recobro.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1. Reactivos

- Agua Grado Reactivo tipo I o tipo II; Milli-Q.
- Cloruro de sodio (NaCl); Merck 99.9 %, USA.
- Fluoruro de sodio (NaF); Merck 99.5 %, USA.
- Solución TISAB II; Thermo Scientific Orion, USA.
- Ácido clorhídrico 1 M; J.T. Baker 36.5-38.0 %, USA.

5.2. Equipos

- Balanza analítica con sensibilidad de ± 0.1 mg; Ohaus Explorer E12140, USA.
- Potenciómetro de pH; VWR SYMPHONY SB80PI, USA.
- Potenciómetro con escala en milivolts relativos (RmV); Thermo Scientific Orion 720A plus, USA.
- Electrodo combinado de ion selectivo para flúor; Thermo Scientific Orion, USA.
- Electrodo combinado de pH; Thermo Scientific Orion 8104BN ROSS, USA.

5.3. Materiales

- Vasos de precipitado de plástico de 25 mL; NALGENE.
- Vasos de precipitado de 1000 mL; BRAND.
- Matraces volumétricos de plástico de 100 mL y 250 mL; NALGENE.
- Matraces volumétricos de vidrio de 1000 mL; BRAND.
- Frascos de plástico de 1000 mL de boca ancha; NALGENE.

- Bureta de 50 y 100 mL; BRAND.
- Pipetas volumétricas de 1, 5, 10 y 20 mL; BRAND.
- Bulbo de succión y/o dispensador digital.
- Piceta.
- Papel secante.

5.4. Disoluciones

- **Solución estándar de NaF**

Disolver 221.0 mg de fluoruro de sodio (secado a 105 °C por 2 horas) y llevar a volumen de aforo de 1 litro con agua grado reactivo tipo I o tipo II; la concentración de la disolución es 0.1 mg/mL o 100 ppm.

- **Ácido clorhídrico 1M.**

Medir 83 mL de HCl concentrado y aforar a 1 L con agua grado reactivo tipo I o tipo II.

5.5. Método I. Con digestión ácida

5.5.1. Curva de calibración

En 6 matraces volumétricos de plástico de 100 mL, colocar 10 g de reactivo de cloruro de sodio, para completar la matriz de las disoluciones estándar. Disolver con agua grado reactivo tipo I o tipo II, y agregar 50 mL de ácido clorhídrico 1 M.

De la disolución concentrada de NaF (0.1 mg/mL) preparar en los matraces anteriores, disoluciones con concentraciones de: 0.5, 1, 10, 20, 30 y 40 mg/L.

Medir esta disolución estándar con bureta y/o pipeta volumétrica.

Completar al volumen de aforo con agua grado reactivo tipo I o tipo II.

5.5.2. Preparación de muestras

Pesar 50 g de muestra de sal y transferirla cuantitativamente en un matraz volumétrico de plástico de 250 mL, disolver con agua grado reactivo tipo I ó tipo II, agregar 50 mL de ácido clorhídrico 1 M y aforar con agua grado reactivo tipo I o tipo II.

5.5.3. Controles de calidad

Preparar dos muestras control sin adicionar y dos muestras control adicionadas con 15 mL de disolución estándar de NaF 0.1 mg/mL.

5.5.4. Calibración del potenciómetro

Tomar 20 mL de la disolución estándar de NaF 1 mg /L, transferir la alícuota a un vaso de precipitado de plástico de 25 mL.

Establecer con esta disolución el valor 100 RmV, como lo indica el instructivo del potenciómetro. Cuando el potenciómetro acepte este valor, se determinan las respuestas de las disoluciones estándar y de las muestras.

5.5.5. Medición de la curva de calibración y en muestras de sales

En vasos de precipitado de plástico de 25 mL debidamente etiquetados, tomar con pipeta volumétrica 10 mL de cada una de las diferentes concentraciones de la curva de calibración y de las muestras.

Adicionar a cada uno 10 mL de la solución TISAB II.

Medir el pH de las disoluciones estándar y muestras de sal verificando que el valor de pH se encuentre en un intervalo de 5.5 ± 0.5 .

Introducir el electrodo de ion selectivo, primero en la disolución estándar más diluido.

Agitar con barra magnética sin propiciar turbulencia hasta que el potenciómetro establezca la lectura de RmV.

Retirar el electrodo, enjuagar con agua reactivo tipo I ó tipo II y secar con papel.

Una vez realizado la medición de las disoluciones de la curva de calibración, obtener el valor de la pendiente experimental del electrodo mediante ajuste de mínimos cuadrados, el valor de la pendiente debe estar entre -54 a -60 RmV. [12]

Repetir el procedimiento para las muestras, muestras control adicionadas y muestras control no adicionadas.

5.6. Método II. Sin digestión ácida

5.6.1. Curva de calibración

En 6 matraces volumétricos de plástico de 100 mL, colocar 10 g de reactivo de cloruro de sodio, para completar la matriz de las disoluciones estándar.

De la disolución concentrada de NaF (0.1 mg/mL) preparar en los matraces anteriores, disoluciones con concentraciones de: 0.5, 1, 10, 20, 30 y 40 mg/L.

Medir esta disolución estándar con bureta y/o pipeta volumétrica.

Completar al volumen de aforo con agua grado reactivo tipo I o tipo II.

5.6.2. Preparación de muestras

Pesar 50 g de muestra de sal y transferirla cuantitativamente en un matraz volumétrico de plástico de 250 mL, disolver con agua grado reactivo tipo I ó tipo II y aforar con agua grado reactivo tipo I o tipo II.

5.6.3. Controles de calidad

Preparar dos muestras control sin adicionar y dos muestras control adicionadas con 15 mL de disolución estándar de NaF 0.1 mg/mL.

5.6.4. Calibración del potenciómetro

Realizar la calibración del equipo como está descrito en el punto 5.5.4.

5.6.5. Medición de curva de calibración y en muestras de sales

Medir las respuestas de la curva de calibración y muestras de sal como está descrito en el punto 5.5.5.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

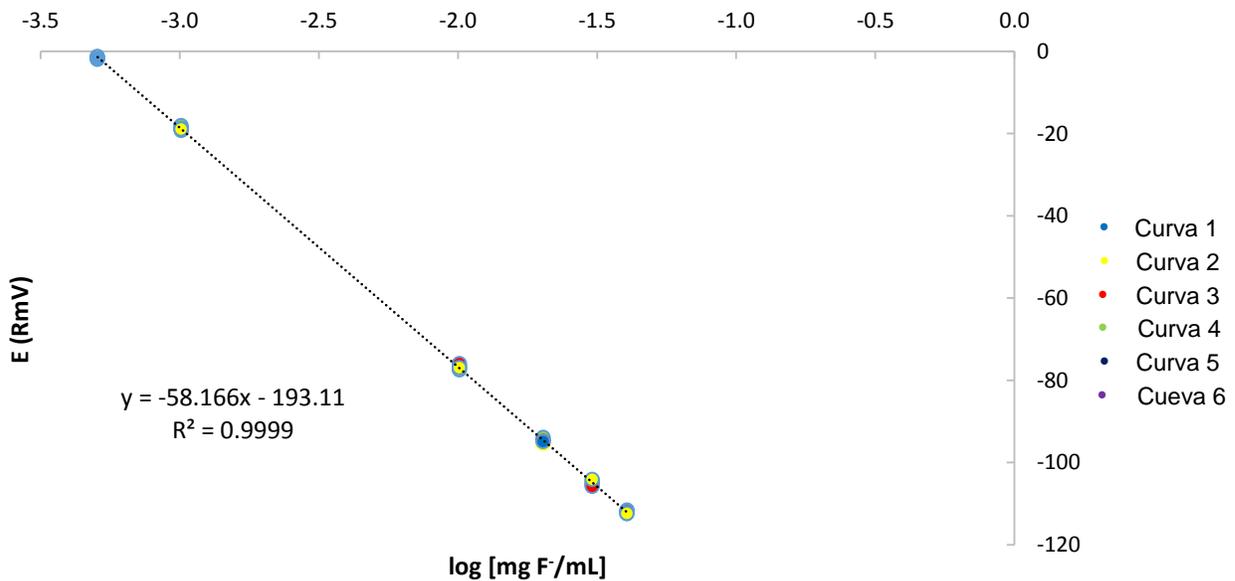
6.1. Curva de calibración

La curva de calibración (gráfica 6 y 6.2) presentan tendencia lineal en el intervalo y condiciones de trabajo a 20°C, la pendiente experimental del electrodo de ion selectivo de fluoruros es de -58.1 RmV y -57.5 RmV, respectivamente.

Tabla 6. Datos de la curva de calibración con digestión ácida

[F ⁻] (mg/L)	mg F ⁻ /mL	log (mg F ⁻ /mL)	E (RmV)					
0.5	0.00051	-3.2954	-1.5	-1.3	-1.8	-2.0	-1.4	-1.8
1	0.00101	-2.9944	-18.5	-18.9	-18.1	-18.8	-18.9	-19.3
10	0.01013	-1.9944	-77.2	-76.9	-77.5	-76.0	-77.0	-76.5
20	0.02026	-1.6934	-95.1	-94.5	-93.9	-94.9	-95.3	-94.9
30	0.03039	-1.5173	-105.9	-104.9	-105.4	-105.8	-104.1	-104.4
40	0.04052	-1.3923	-111.8	-112.5	-112.1	-111.9	-112.4	-111.6

Nota: La concentración real de la disolución estándar de NaF es 0.1013 mg F⁻/mL.

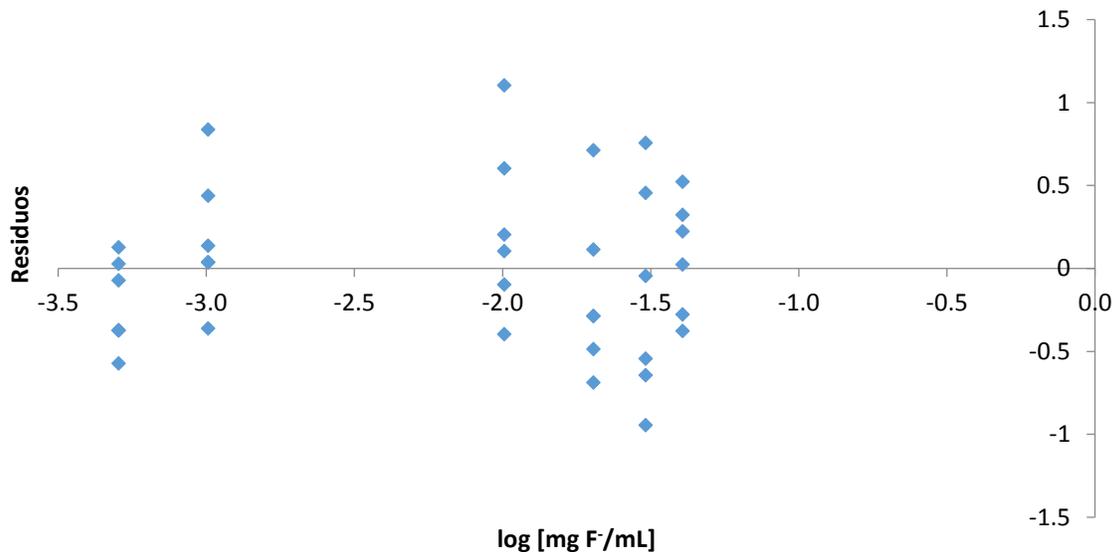


Gráfica 6. Curva de calibración con digestión ácida

Se verificó que la linealidad del método con digestión ácida presentará comportamiento lineal en el intervalo de trabajo de 0.5 a 40 mg/L de ion fluoruro mediante gráfico de distribución de residuos (gráfica 6.1) y calculando el valor estadístico F para aceptar si las respuestas presentan comportamiento lineal o no. Visualmente se puede observar que las respuestas se encuentran dispersas homogéneamente y el valor de F_{cal} fue mayor que el valor crítico de F (tabla 6.1), es decir, las respuestas si presentan un comportamiento lineal.

Tabla 6.1. Datos del análisis de regresión de la curva calibración con digestión ácida

Datos de la regresión	
Coeficiente de correlación (r^2)	0.9999
Pendiente	-58.166
intersección	-193.11
Análisis de varianza	
F_{cal}	282426.94
Valor crítico de F	3.18×10^{-68}

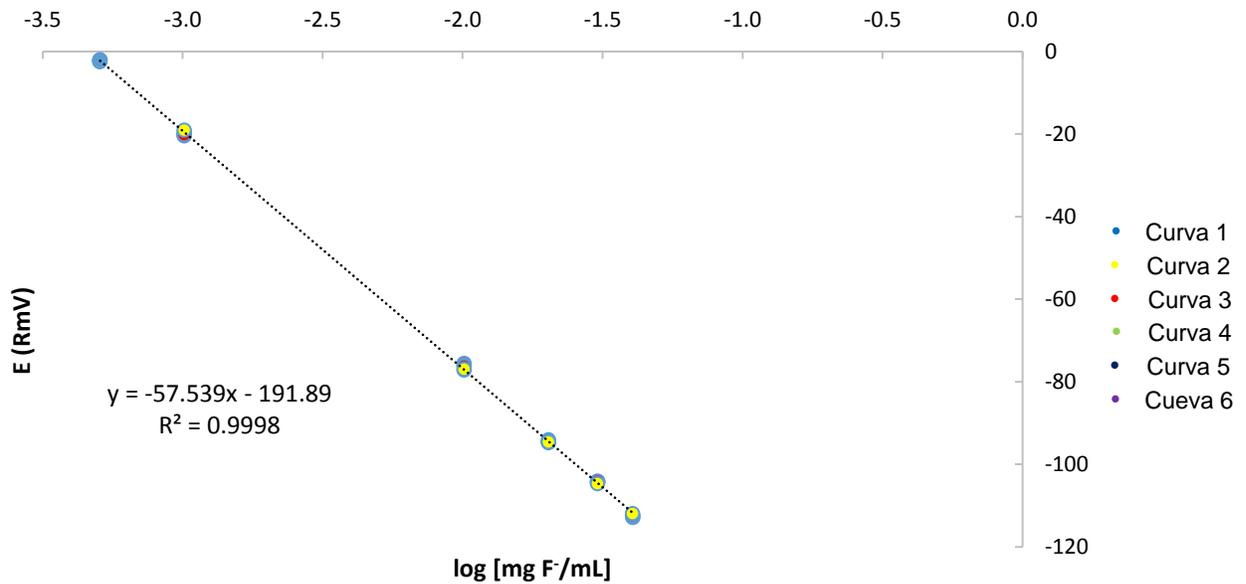


Gráfica 6.1. Distribución de los residuos de las concentraciones de las disoluciones estándar con digestión ácida

Tabla 6.2. Datos de la curva de calibración sin digestión ácida

[F] (mg/L)	mg F/mL	log (mg F/mL)	E (RmV)					
0.5	0.00051	-3.2954	-2.2	-2.4	-2.1	-2.3	-2.5	-2.0
1	0.00101	-2.9944	-20.1	-20.5	-20.3	-20.2	-19.1	-19.4
10	0.01013	-1.9944	-75.6	-77.2	-76.0	-76.3	-77.0	-75.9
20	0.02026	-1.6934	-94.1	-94.8	-94.5	-94.6	-94.5	-94.7
30	0.03039	-1.5173	-104.2	-104.6	-104.3	-104.1	-104.7	-104.2
40	0.04052	-1.3923	-112.8	-112.2	-112.3	-112.4	-112.0	-112.9

Nota: La concentración real de la disolución estándar de NaF es 0.1013 mg F/mL.

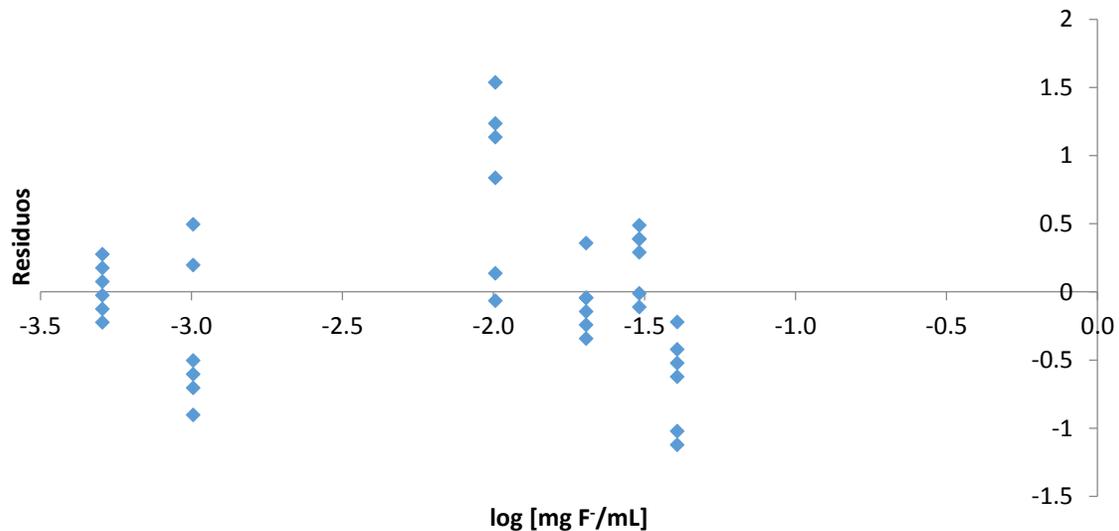


Gráfica 6.2. Curva de calibración sin digestión ácida

De igual manera, se verificó que la linealidad del método sin digestión ácida presenta comportamiento lineal o no mediante gráfico de distribución de residuos y el cálculo del estadístico F (gráfica 6.3). El valor de F_{cal} fue mayor que el valor crítico de F (tabla 6.2), es decir, las respuestas si presentan un comportamiento lineal.

Tabla 6.3. Datos del análisis de regresión de la curva calibración sin digestión ácida

Datos de la regresión	
Coeficiente de correlación (r^2)	0.9998
Pendiente	-57.539
intersección	-191.89
Análisis de varianza	
F_{cal}	175379.60
Valor crítico de F	1.04×10^{-64}



Gráfica 6.3. Distribución de los residuos de las concentraciones de las disoluciones estándar sin digestión ácida

6.2. Método I. Con digestión ácida

Se realizó una digestión en medio ácido con el fin de lograr disociar los complejos de fluoruro con los metales presentes en la matriz de sal, y adicionar TISAB II para complejar los metales libres y mantener el ion fluoruro libre en disolución a un pH 5.5 ± 0.5 para su determinación. El valor de pH de las muestras se mantuvo en el intervalo de trabajo establecido antes y después de realizar la medición.

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 6.4.

Tabla 6.4. Resultados obtenidos con digestión ácida

Muestra	mg de F/kg de muestra de sal	% CV	Promedio de mg de F/kg de muestra de sal	Muestra	mg de F/kg de muestra de sal	%CV	Promedio de mg de F/kg de muestra de sal
Día 1 A-I	240.87	0.4	241.56	Día 1 C-I	246.72	0.9	245.11
	242.25				243.50		
Día 2 A-II	238.05	0.4	238.72	Día 2 C-II	246.71	0.6	247.80
	239.39				248.88		
Día 3 A-III	237.72	0.8	239.03	Día 3 C-III	247.08	0.6	248.10
	240.33				249.11		
Día 4 A-IV	239.72	0.5	240.54	Día 4 C-IV	245.10	0.6	246.53
	241.35				247.35		
Día 5 A-V	238.25	1.0	239.90	Día 5 C-V	248.55	0.3	247.95
	241.55				247.35		
Día 1 B-I	237.20	0.5	238.10	Día 1 D-I	240.25	0.8	238.88
	239.00				237.51		
Día 2 B-II	238.50	0.6	237.48	Día 2 D-II	239.90	0.5	239.10
	236.45				238.30		
Día 3 B-III	239.81	0.6	238.87	Día 3 D-III	242.15	0.7	240.90
	237.93				239.65		
Día 4 B-IV	241.81	1.0	240.15	Día 4 D-IV	240.39	0.7	239.23
	238.49				238.06		
Día 5 B-V	240.31	0.5	239.45	Día 5 D-V	239.39	0.5	238.55
	238.59				237.71		

6.3. Método II. Sin digestión ácida

Se realizó un segundo método para determinar el ion fluoruro libre sin adicionar ácido clorhídrico, disolviendo la muestra en agua y agregando sólo TISAB II para su determinación. El valor de pH de las muestras se mantuvo en el intervalo de 5.5 \pm 0.5 antes y después de la medición.

Los resultados se muestran en la tabla 6.5

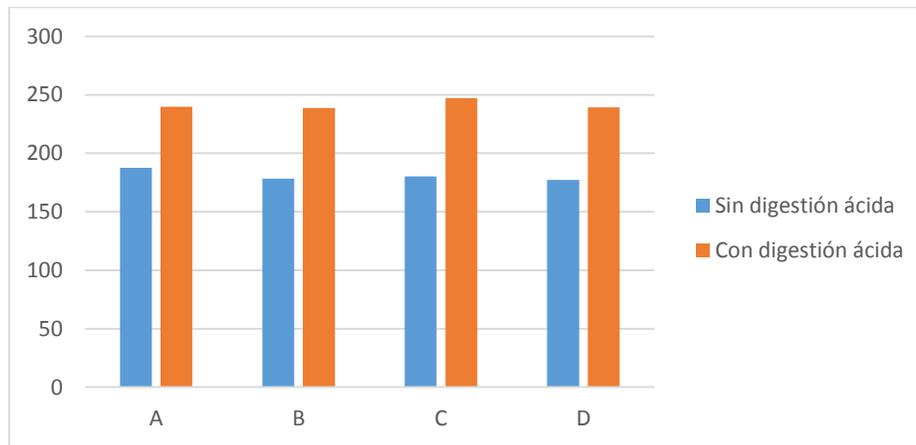
Tabla 6.5. Resultados obtenidos sin digestión ácida

Muestra	mg de F/kg de muestra de sal	% CV	Promedio de mg de F/kg de muestra de sal	Muestra	mg de F/kg de muestra de sal	% CV	Promedio de mg de F/kg de muestra de sal
Día 1 A-I	189.05	0.9	190.20	Día 1 C-I	181.14	0.6	180.36
	191.34				179.57		
Día 2 A-II	187.18	0.8	188.26	Día 2 C-II	182.17	0.8	181.12
	189.34				180.06		
Día 3 A-III	188.02	0.6	187.21	Día 3 C-III	179.15	0.6	178.35
	186.40				177.55		
Día 4 A-IV	186.10	0.3	185.74	Día 4 C-IV	182.85	1.0	181.55
	185.37				180.25		
Día 5 A-V	187.13	0.6	186.31	Día 5 C-V	180.58	0.7	179.71
	185.49				178.83		
Día 1 B-I	179.25	0.6	180.05	Día 1 D-I	178.58	0.6	177.85
	180.85				177.12		
Día 2 B-II	179.25	0.7	178.36	Día 2 D-II	180.40	0.6	179.62
	177.46				178.84		
Día 3 B-III	180.25	0.5	179.58	Día 3 D-III	174.62	0.6	175.36
	178.90				176.09		
Día 4 B-IV	177.25	0.5	177.89	Día 4 D-IV	176.90	0.3	176.50
	178.52				176.10		
Día 5 B-V	176.25	0.5	175.58	Día 5 D-V	176.63	0.8	177.66
	174.91				178.68		

De acuerdo a los resultados mostrados en la tabla 6.6, al comparar los 2 métodos realizados, existe diferencia en la cantidad determinada de ion fluoruro libre en las muestras de sal (gráfica 6.4).

Tabla 6.6. Promedios de mg de F⁻/kg de muestra de sal en las muestras, de acuerdo a lo establecido en la NOM-040-SSA1-1993 ^[13]

Muestra	Método sin digestión ácida	Método con digestión ácida
A	187	240
B	178	239
C	180	247
D	177	239

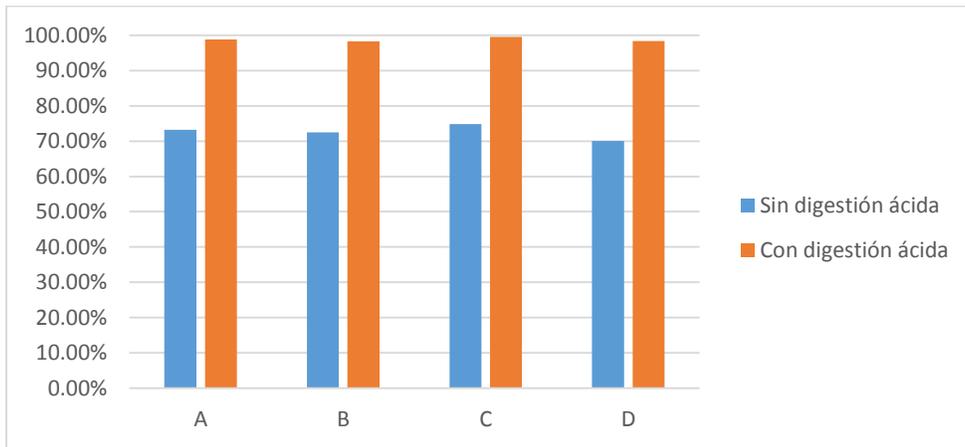


Gráfica 6.4. Gráfico comparativo de mg de F⁻/kg de muestra de sal en las muestras

Para verificar estos resultados, se prepararon muestras control adicionadas como control interno de calidad y ver la eficiencia de ambos métodos analíticos. Los resultados se muestran en la tabla 6.7 y gráfica 6.5.

Tabla 6.7. Control interno de calidad (porcentaje de recobro)

Método sin digestión ácida		Método con digestión ácida	
Muestra	Recobro (%)	Muestra	Recobro (%)
A	73	A	99
B	72	B	99
C	75	C	99
D	70	D	98



Gráfica 6.5. Gráfico comparativo de Porcentaje de Recobro en ambas metodologías

En la Tabla 6.8 se resumen los datos obtenidos de ambas metodologías.

Tabla 6.8. Resumen de parámetros de calidad de ambas metodologías

Muestras	Parámetros de calidad	
	Método sin digestión ácida	Método con digestión ácida
A	Promedio = 187 mg de F ⁻ /kg de muestra %CV = 0.9 % Recobro = 73%	Promedio = 240 mg de F ⁻ /kg de muestra %CV = 0.5 % Recobro = 99%
B	Promedio = 178 mg de F ⁻ /kg de muestra %CV = 1.0 % Recobro = 72%	Promedio = 239 mg de F ⁻ /kg de muestra %CV = 0.4 % Recobro = 99%
C	Promedio = 180 mg de F ⁻ /kg de muestra %CV = 0.7 % Recobro = 75%	Promedio = 247 mg de F ⁻ /kg de muestra %CV = 0.5 % Recobro = 99%
D	Promedio = 177 mg de F ⁻ /kg de muestra %CV = 0.9 % Recobro = 70%	Promedio = 239 mg de F ⁻ /kg de muestra %CV = 0.4 % Recobro = 98%

Tabla 6.9. Criterios de aceptación para contenido de fluoruros en sal y controles de calidad interno del método ^[13,14]

Criterios de aceptación	
Muestra	250 ± 50 mg de F ⁻ /kg de muestra de sal
% CV (Repetibilidad)	≤ 3.0 %
% CV (Precisión intermedia)	≤ 6.0 %
% Recobro	96 – 101%

Se verificó la repetibilidad entre las muestras analizadas calculando el % CV. Se observa en la tabla 6.4 y 6.5 los valores de % CV para el método con digestión ácida y el método sin digestión ácida, respectivamente. El parámetro de calidad cumple con el criterio de aceptación descrito en la tabla 6.9.

Se realizó un segundo parámetro de calidad para evaluar la precisión entre los lotes analizados para ambos métodos en diferentes días (precisión intermedia), se calculó el % CV para cada lote analizado (tabla 6.8). El % CV para los dos métodos analíticos cumplen con el criterio de aceptación descrito en la tabla 6.9.

Se puede observar que las muestras analizadas con el método sin digestión ácida no cumplen con la mínima cantidad necesaria de fluoruro depositada en la sal de mesa de acuerdo a lo establecido en la NOM-040-SSA1-1993, esto se ve reflejado en el porcentaje de recobro ya que de igual manera se encuentran disminuido; mientras que el método con digestión ácida las muestras se encuentran dentro del intervalo establecido en la norma NOM-040-SSA1-1993 y verificando con los valores obtenidos de porcentaje de recobro, se confirma que el método con digestión ácida es más eficiente para determinar ion fluoruro libre cuando se presenta una matriz con interferencias por presencia de cationes Al^{3+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} y Ca^{2+} , manteniendo la hipótesis planteada.

7. CONCLUSIONES

- La adición de ácido clorhídrico favorece la disociación del ion fluoruro unido a metales presentes en la sal de mesa formando la especie HF en disolución y al aumentar el valor de pH a 5.5 ± 0.5 el electrodo de ion selectivo a fluoruros es capaz de cuantificar ion fluoruro obteniendo mejores resultados en la determinación de ion fluoruro cumpliendo con el límite establecido en la NOM-040-SSA1-1993.
- La disolución de TISAB II adquirido comercialmente ajusta adecuadamente la fuerza iónica en la muestra, compleja especies metálicas presentes en la muestra como Al^{3+} , Fe^{3+} , Ca^{2+} y Mg^{2+} , y mantiene el pH a condiciones óptimas para la determinación de fluoruros.
- El método sin digestión ácida es deficiente en muestras de sal cuando el ion fluoruro se encuentra fuertemente complejado a especies metálicas.
- El método potenciométrico por ion selectivo es eficiente, rápido y directo para determinar fluoruros en sal de mesa.
- Dado que el método con digestión ácida presenta mejores resultados de porcentaje de recobro que el método sin digestión ácida para las muestras de sal que se sospecha presentar interferencias, se propone como método alternativo al descrito en la NOM-040-SSA1-1993 para la determinación de ion fluoruro en sal de mesa.

8. ANEXOS

Anexo I. Cálculos

- **Cálculo de mg de F⁻ en la muestra de sal**

1. Sustituir el valor de voltaje obtenido experimentalmente de la muestra y los valores calculados por ajuste de mínimos cuadrados.

$$\log \left[\frac{\text{mg de F}^{-}}{\text{mL}} \right] = \frac{RmV - A}{B}$$

Donde:

A= ordenada al origen del ajuste por mínimos cuadrados de la curva de calibración.

B= pendiente del ajuste por mínimos cuadrados de la curva de calibración.

RmV= lectura en milivolt relativos.

2. Calcular antilogaritmo.

$$\frac{\text{mg de F}^{-}}{\text{mL}} = 10^{\log \left[\frac{\text{mg de F}^{-}}{\text{mL}} \right]}$$

3. Calcular la cantidad de mg de F⁻.

$$\text{mg de F}^{-} = \frac{\text{mg de F}^{-}}{\text{mL}} \times 250 \text{ mL}$$

4. Obtener la cantidad de mg de F⁻ en relación a 1 kg de muestra de sal, considerando la cantidad de muestra de sal pesada inicialmente.

$$\frac{\text{mg de F}^{-}}{\text{kg de muestra de sal}} = \frac{\text{mg de F}^{-}}{\text{g de muestra de sal}} \times \frac{1000 \text{ g de muestra de sal}}{1 \text{ kg de muestra de sal}}$$

Anexo II. Listado de municipios y estados donde no se debe comercializar la sal yodada-fluorada ^[19]

El presente listado especifica los municipios en donde los envasadores, distribuidores y comerciantes, no deberán distribuir y/o comercializar sal yodada fluorada y que complementa el Apéndice Normativo B de la norma NOM-040-SSA1-1993. Bienes y Servicios. Sal yodada y sal yodada fluorada especificaciones sanitarias, publicada en el Diario Oficial de la Federación.

Municipio	Estado
Todo el estado	Aguascalientes
Todo el estado	Baja California
Torreón	Coahuila
Bachíniva	Chihuahua
Camargo	
Casas Grandes	
Cuauhtémoc	
Cusihuiríachi	
Chihuahua	
Chínipas	
Delicias	
Galeana	
Gómez Farías	
Gran Morelos	
Guazapares	
Guerrero	
Ignacio Zaragoza	
Janos	
Madera	
Maguaríchi	
Matachi	
Meoqui	
Moris	
Namiquipa	
Nueva Casas Grandes	
Ocampo	

Municipio	Estado
Riva Palacio	Chihuahua
Rosales	
Temósachi	
Uráchi	

Todo el estado	Durango
----------------	---------

Todo el estado	Guanajuato
----------------	------------

Tula de Allende	Hidalgo
-----------------	---------

	Jalisco
Arandas	
Bolaños	
Cañadas de Obregón	
Chimaltitán	
Colotlán	
Degollado	
Encarnación de Díaz	
Huejúcar	
Huejuquilla el Alto	
Jalostotitlán	
Jesús María	
Lagos de Moreno	
Mexicacán	
Mezquitic	
Ojuelos de Jalisco	
San Diego de Alejandría	
San Juan de los Lagos	
San Julián	
San Martín de Bolaños	
San Miguel el Alto	
Santa María de los Angeles	
Teocaltiche	
Totatiche	
Unión de San Antonio	
Valle de Guadalupe	
Villa Guerrero	
Villa Hidalgo	

Apaxco	Estado de México
Atenco	
Atizapan de Zaragoza	
Atlautla	
Cuautitlán Izcalli	

Municipio	Estado
Hueypoxtla	Estado de México
Ixtlahuaca	
Jilotepec	
Tenango del Valle	
Tequixquiac	
Texcoco	
Tlalnepantla de Baz	
Zumpango	

Chucándiro	Michoacán
La Piedad	
Numarán	
Penjamillo	
Tanhuato	

Doctor Arroyo	Nuevo León
Galeana	

Acatlán	Puebla
Chila	
Guadalupe	
Ixcaquixtla	
Oriental	
Santa Isabel Cholula	
Tepeyehualco	
Yehualtepec	
Zautla	

Amealco de Bonfil	Querétaro
Colón	
El Marqués	
Querétaro	
Tequisquiapan	

Ahualulco	San Luis Potosí
Armadillo de los Infante	
Cárdenas	
Cerro de San Pedro	
Ciudad Fernández	
Lagunillas	
Mexquitic de Carmona	
Rayón	

Municipio	Estado
Río Verde	San Luis Potosí
San Ciro de Acosta	
San Luis Potosí	
San Nicolás Tolentino	
Santa Catarina	
Santa María del Río	
Santo Domingo	
Soledad de Graciano Sánchez	
Tierranueva	
Villa de Arriaga	
Villa de Reyes	
Villa Juárez	
Zaragoza	

Agua Prieta	Sonora
Bavispe	
Caborca	
Empalme	
Fronteras	
Guaymas	
Imuris	
Hermosillo	
Magdalena	
Pitiquito	
Puerto Peñasco	
General Plutarco Elías Calles	
San Luis Río Colorado	
Santa Ana	
Trincheras	
Tubutama	
Villa Pesqueira	
Yécora	

Todo el estado	Zacatecas
----------------	-----------

ANEXO III. Glosario

Aditivo alimentario (Aditivo): Cualquier sustancia que en cuanto tal no se consume normalmente como alimento, ni tampoco se usa como ingrediente básico en alimentos, tenga o no valor nutritivo, y cuya adición al producto con fines tecnológicos en sus fases de producción, elaboración, preparación, tratamiento, envasado, empaquetado, transporte o almacenamiento, resulte o pueda preverse razonablemente que resulte (directa o indirectamente) por sí o sus subproductos, en un componente del producto o un elemento que afecte a sus características (incluidos los organolépticos). Esta definición no incluye "contaminantes" o sustancias añadidas al producto para mantener o mejorar las cualidades nutricionales.

Agua Grado Reactivo: Es agua que se puede usar para hacer reactivos, o para utilizarse en aplicaciones analíticas especiales. Hay varios tipos de agua de acuerdo al uso destinado, estas categorías las han estandarizado organizaciones como el ASTM (American Society for Testing and Materials):

Tipo I.- Agua preparada por destilación, pulida por medio de un tratamiento de resinas de intercambio iónico mezcladas y filtrada a través de una membrana de 0.2 μm de tamaño de poro.

Tipo II.- Agua producida por un destilador.

Tipo III.- Agua preparada por destilación, intercambio iónico u ósmosis inversa y filtrada a través de una membrana de 0.45 μm de tamaño de poro.

Tipo IV.- Agua preparada por destilación, intercambio iónico u ósmosis inversa.

Tabla III A. Especificaciones Estándares para Agua Grado Reactivo de acuerdo a la ASTM ^[15]

Parámetros Físicoquímicos	Tipo I	Tipo II	Tipo III	Tipo IV
Conductividad eléctrica ($\mu\text{S/cm}$), valor máx. a 25°C	0.056	1.0	0.25	5.0
Resistividad eléctrica ($\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$), valor mín. a 25°C	18	1.0	4.0	0.2
pH a 25°C	N/A	N/A	N/A	5.0 a 8.0
Carbono Orgánico Total (COT) valor máx. ($\mu\text{g/L}$)	50	50	200	No hay límite establecido
Sodio, valor máx. ($\mu\text{g/L}$)	1	5	10	50
Cloruros, valor máx. ($\mu\text{g/L}$)	1	5	10	50
Sílica Total, valor máx. ($\mu\text{g/L}$)	3	3	500	No hay límite establecido

N/A: No Aplica.

Analíto: Componente específico de una muestra, a medir en un análisis.

Antiaglomerante (antihumectante): Sustancias o mezcla de sustancias que reducen la tendencia de los componentes de un alimento a cohesionarse o adherirse unos a otros. La sal yodada y sal yodada fluorada podrá ser adicionada de los siguientes aditivos: carbonato de calcio (CaCO_3), carbonato de magnesio (MgCO_3), aluminosilicato de potasio (AlKO_6Si_2), aluminosilicato de sodio ($\text{AlNaO}_6\text{Si}_2$), ferrocianuro de sodio ($\text{Na}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$), ferrocianuro de potasio ($\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$), silicato de calcio (CaSiO_3), silicato de magnesio (MgSiO_3).

COFEPRIS: Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios.

Control interno de calidad: Es un sistema diseñado para incrementar la probabilidad de que cada resultado reportado por el laboratorio sea válido y pueda ser utilizado con confianza.

Curva de calibración: Es la representación gráfica de la señal medida como una función de la concentración del analíto.

Disolución estándar: Disolución de concentración conocida utilizada como referencia en la determinación de un analíto.

Disolución TISAB II “Disolución reguladora de fuerza iónica total” (por sus siglas en inglés *Total Ionic Strength Adjustment Buffer*): Disolución reguladora de pH que aumenta la fuerza iónica de una solución. La solución de TISAB II está constituida por los siguientes reactivos:

Tabla III B. Composición de *TISAB II*

Ácido acético ($C_2H_4O_2$)
Acetato de sodio ($C_2H_3NaO_2$)
Cloruro de sodio (NaCl)
Ácido trans-1,2-diaminociclohexano-N,N,N',N',tetraacético monohidratado (CDTA)
Agua desionizada (H_2O)

Electrodo de referencia: Es una semicelda con un potencial de electrodo conocido, no tiene ningún cambio y es independiente de la composición de la disolución del analíto. Debe ser resistente, fácil de montar y mantener un potencial constante al paso de pequeñas corrientes.

Etiqueta: Marbete, rótulo, inscripción, marca, imagen gráfica u otra forma descriptiva que se haya escrito, impreso, marcado, en relieve o en hueco, grabado, adherido, precintado o anexado al empaque o envase del producto.

Límite permisible: Valor máximo o intervalo de concentración de un parámetro, que no causa efectos nocivos a la salud.

Método analítico: Descripción de la secuencia de actividades, recursos materiales y parámetros que se deben cumplir para llevar a cabo el análisis cualitativo y/o cuantitativo de un componente específico en una muestra.

Muestra adicionada o fortificada: Porción representativa del material a evaluar, a la que se le adicionan cantidades conocidas del analito de interés.

NOM: Norma Oficial Mexicana.

Pendiente experimental del electrodo: Es una medida de la respuesta del electrodo al ion que está siendo determinado y es equivalente al factor de Nikolsky.

La pendiente de la curva de calibración debe encontrarse en un intervalo de -54 a -60 RmV a una temperatura de 20 a 25°C.

Procedimiento: Documento que contiene las instrucciones necesarias para llevar a cabo de manera reproducible una operación o actividad, describiendo en forma escrita y gráfica, el método, frecuencia, enlaces, participantes y responsables necesarios para la realización de las actividades.

pH: El pH se define en términos de la actividad relativa de los iones de hidrógeno en la disolución:

$$pH = -\log a_H = -\log (m_H \gamma_H / m^\circ)$$

Donde a_H es la actividad relativa del ion hidrógeno (en base molal); γ_H es el coeficiente de actividad molal del ión hidrógeno H^+ a la molalidad m_H , y m° es la molalidad estándar. La magnitud pH es considerada como una medida de la actividad de los iones hidrógeno en la disolución.

Sal: Producto constituido básicamente por cloruro de sodio que proviene exclusivamente de fuentes naturales. Se presenta en forma de cristales incoloros, solubles en agua y de sabor salado franco.

Sal yodada: Producto constituido básicamente por cloruro de sodio adicionado de yodo, en la cantidad establecida en la norma NOM-040-SSA1-1993.

Sal yodada fluorada: Producto constituido básicamente de cloruro de sodio adicionado de yodo y flúor, en la cantidad establecida en la norma NOM-040-SSA1-1993.

SPANDS: Sal trisódica del ácido 1,8-dihidroxi-2-(4-sulfofenilazo) naftalen-3,6-disulfónico.

Recuperación o recobro: Cantidad del analíto recuperada en la porción de muestra o muestra adicionada cuando esta es conducida a través del método analítico completo, y que permite evaluar la eficiencia de la extracción, proceso de preparación e interferencias que puedan existir al aplicarlo. Se expresa en términos de porcentaje.

Repetibilidad: Precisión de un método analítico, expresada como la concordancia obtenida entre determinaciones independientes realizadas por un solo analista, usando los mismos instrumentos y método, en intervalos cortos de tiempo.

Reproducibilidad (Precisión intermedia): Precisión de un método analítico, expresada como la concordancia entre determinaciones independientes realizadas por 2 analistas o instrumentos diferentes, usando el mismo método en diferentes días.

Anexo IV. Símbolos y Abreviaturas

%CV	Coeficiente de variación porcentual
α	Fracción molar
°C	Grados Celsius
g	Gramos
kg	Kilogramo
L	Litros
M Ω •cm	Megaohm por centímetro
μ S/cm	Microsiemens / centímetro
mg	Miligramos
mg/L	Miligramos / Litro
mL	Mililitros
mV	Milivolt
RmV	Milivolts relativos
M	Molar (mol/L)
ppm	Partes por millón (mg/L)
%	Porcentaje

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Barrendey S.E., Cabello M.V., Magaña J. y Rodríguez E. Sal fluorada, riesgos y beneficios para la población. México (1994), 80- 89.
- [2] Organización Mundial de la Salud. Fluoruros y Salud. Efectos del fluoruro en el organismo. Ginebra, Suiza (1972), 10-12.
- [3] Williams and Wilkins. Clinical practice of the dental hygienist. 9th Edition (1992). Chapter 29, 434 - 456.
- [4] Williams RAD y Elliot JC. Bioquímica dental básica y aplicada. Editorial El Manual Moderno (1990) Capítulo 18, 386 - 395.
- [5] Phipps K. (1995), Fluoride and bone Health. *J. Public. Health Dent* 55 (1) 53 - 56.
- [6] Gutiérrez Rivas J. (2005), Fluorosis dental: metabolismo, distribución y absorción del fluoruro. *Asociación Dental Mexicana* LXII (6) 225-9.
- [7] Silverstone, L Caries Dental. Etiología, patología y prevención. Editorial Manual Moderno. México (1980), 30-40.
- [8] Center for Disease Control (1991), Public Health Service Report on fluoride benefits and risks. *JAMA* 266 (8) 1061 -1067.
- [9] D. Eaton Andrew, S. Clesceri Leonore., W. Rice Eugene and E.Greenberg Arnold. Standard Methods for the examination of water and wastewater. 21 Edition. USA (2005). Chapter 4, 86.
- [10] Skoog-West-Holler-Crouch. Principios de Análisis Instrumental. Quinta edición. Editorial Mc Graw Hill. México (2000), 402.
- [11] Harris C. Daniel. Análisis químico cualitativo. Editorial Reverte. Tercera edición. Barcelona, España (2003), 330, 331, 333.
- [12] Thermo Scientific Orion, Fluoride Ion Selective Electrode Manual, Thermo Scientific, USA (2016).
- [13] Secretaria de Salud. Norma Oficial Mexicana NOM-040-SSA1-1993. Bienes y Servicios. Sal yodada y sal yodada fluorada. Especificaciones sanitarias.

[14] Comisión de Control Analítico y Ampliación de Cobertura (CCAyAC). Criterios para la Validación de Métodos Físicoquímicos. *Documento interno*.

[15] American Society of Testing Materials. D 1193 Standard Specification for Reagent Water. USA (2001), 1.

[16] Cañizares Macías Ma. Del Pilar y Duarte Lisci Georgina. Fundamentos de química analítica. 2ª Edición. UNAM, Facultad de Química. México (2009), 358.

[17] Spano Nadia, Guccini Valentina, Ciulu Marco, Floris Ignazio, M. Nurchi Valeria, Panzanelli Angelo, I.Pilo Maria and Sanna Gavino (2015), Free fluoride determination in honey by ion-specific electrode potentiometry: Method assessment, validation and application to real unifloral samples. *Arabian Journal of Chemistry*. 5.

Consultas electrónicas

[18] Rigalli Alfredo, I. Pera Laura, Di Loreto Verónica y R.M. Brun Lucas. Determinación de la concentración de flúor en muestras biológicas. <http://rephip.unr.edu.ar/bitstream/handle/2133/6701/electrodo%20fluor%20final.pdf> consultado en Abril 2017.

[19] Asociación Mexicana de la Industria Salinera A.C. <http://www.amisac.org.mx/salud/>, AMISAC, consultado en Abril 2017.

[20] Comisión Federal para la Protección Contra Riesgos Sanitarios, <http://www.cofepris.gob.mx>, COFEPRIS, consultado en Abril 2017.

[21] Hach. Fluoride - Hach <https://www.hach.com/asset-get.download.jsa?id=7639984182>, consultado en Agosto de 2017.

[22] Dojindo. Analytical and Biological Products. Metal Chelates. https://www.dojindo.com/Images/Product%20Photo/Chelate_Table_of_Stability_Constants.pdf, consultado en Agosto de 2017.