



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**



FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

**TÉCNICAS DE DETERMINACIÓN DE FLUORUROS EN
DIFERENTES VEHÍCULOS. FO. UNAM. 2006**

T E S I N A

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

CIRUJANA DENTISTA

P R E S E N T A :

RUTH CAROLINA TAPIA AVILA

**DIRECTOR: C.D. JESÚS MANUEL DÍAZ DE LEÓN AZUARA
ASESORA: MTRA. ARCELIA FELÍCITAS MELÉNDEZ OCAMPO**

MÉXICO D. F.

2006



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.

*A la Universidad Autónoma De México
Por haberme formado como persona y
Como profesionista durante estos años*

*A la Facultad de Odontología
Por formarme como profesionista.*

*A mi mamá Lupita:
Por haberme heredado lo más valioso
Que puede dársele a un hijo: Amor.
A quien sin escatimar esfuerzo alguno
Ha sacrificado gran parte de su vida
Para formarme y educarme.
A quien la ilusión de su vida
Ha sido convertirme en una persona de provecho.
Y se que nunca podré pagarle todos sus desvelos
Ni con todas las riquezas del mundo.
Por esto y mucho más.....Gracias*

*A mis hermanos Liz e Isi
Por haber crecido conmigo y apoyarme
Por hacer de mí la persona que ahora soy.
Mil gracias.*

*A la directora y tutora de esta tesina:
Mtra. Arcelia Meléndez Ocampo
Por haber dedicado su tiempo, su sabiduría
Y su enseñanza dentro de esta facultad
Por sus consejos y cariño
No tendré como agradecerle
Gracias*

*A la Dra. Conchita
Por dedicarme con mucho cariño
Su tiempo, y sus buenos consejos.
Gracias*

*A mis amigos y a los que no lo fueron
Por haberme ayudado en esta ardua
Carrera de la vida.
Gracia*

*Pero sobre todo a Dios
Por dejarme vivir con salud y amor
Estos años de mi vida
Y por haberme dejado cumplir uno
De mis más grandes sueños
Terminar mi carrera
Gracias*

*Pero sobre todo a una personita
Que aunque no estas presente pero
Que me has dado las fuerzas y el amor
Para seguir adelante y nunca me has
Dejado caer Gracias.....
Mi vida por estar en este momento
Aquí.....mi angelito.....mi bebe*

CONTENIDO

	PÁGINA
1. INTRODUCCIÓN	2
2. PROPÓSITO	3
3. OBJETIVO	3
I. FLÚOR... GENERALIDADES	4
II. VIAS DE ADMINISTRACION	7
III. METABOLISMO	9
IV. MECANISMOS DE ACCIÓN	12
V. USOS EN ODONTOLOGÍA	13
VI. TÉCNICAS DE DETERMINACIÓN	13
VII. TRATAMIENTO PRELIMINAR	14
VIII. SELECCIÓN DEL MÉTODO	14
IX. MUESTRAS Y ALMACENAMIENTO	15
X. MÉTODO DEL IÓN SELECTIVO	19
XI. MÉTODO DE SPANDS	24
XII. MÉTODO DE LA COMPLEJOTA	28
XIII. MÉTODO DE CROMATOGRAFÍA DE IONES	30
XIV. MÉTODO ELECTROMÉTRICO	31
XV. MÉTODOS ANALÍTICOS	34
4. CONCLUSIONES	43
5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	44

1. INTRODUCCIÓN

En los últimos 50 años la Odontología ha sustentado la prevención sobre el uso de los fluoruros, los beneficios se han comprobado en términos de los índices de reducción de caries en diferentes países.

Si bien es cierto que el descenso de la caries dental es un logro de la Salud Pública, también lo es que está ampliamente documentado el hecho de los efectos adversos del uso y abuso de los fluoruros.

En este sentido, la Norma Oficial para la Prevención de Enfermedades Bucales (NOM -013-SSA2-1994) enfatiza la necesidad del uso de los fluoruros como medida preventiva pero también menciona que es importante el monitoreo de fluoruro presente en orina y saliva con el objeto de estimar la ingesta y excreción promedio.

Se están utilizando diferentes técnicas analíticas de determinación de flúor en la actualidad para determinar la concentración de éste ión en diferentes vehículos pero el conocimiento de las características de cada una permitirá al profesional de la salud, contar con información confiable y comparable.

2. PROPÓSITO

Adentrar al lector al contexto de las diferentes técnicas analíticas disponibles para determinar ión flúor en diferentes vehículos. Lo anterior facilitará la comprensión de resultados publicados en la literatura científica con un sentido crítico.

OBJETIVO

Conocer los requerimientos necesarios para la aplicación de las técnicas de determinación de fluoruro avaladas internacionalmente.

I. FLÚOR... GENERALIDADES

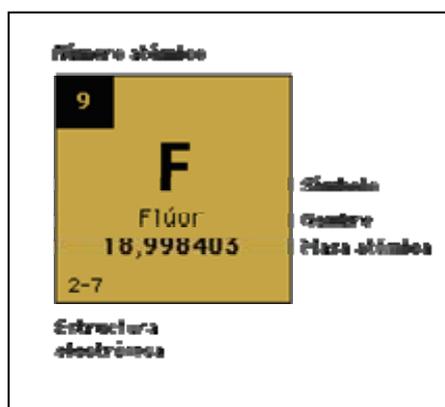
El flúor fue descubierto por Marggraf Scheele en 1771, en forma de ácido hidrofluorhídrico, pero no fue aislado hasta 1886 por Moisen.

La presencia de flúor como material biológico fue observado por primera vez en 1803 por Morichini en dientes de elefantes. Berzelius en 1823 detecto los niveles del fluoruro en agua.

Madeiros en 1998 afirma, que el flúor es él más electronegativo de todos los elementos químicos, el flúor no se encuentra en su forma elemental, siempre será observado combinado con fluoretos, siendo el más común la Criolita y la Apatiíta.¹

La palabra flúor proviene del latín *fluere* que significa fluir.²

El flúor es un gas amarillo verdoso pálido, ligeramente más pesado que el aire, venenoso, corrosivo y que posee un olor penetrante y desagradable. Su símbolo es F, se encuentra en el grupo 17 ó VII de la tabla periódica, miembro de la familia de los halógenos, su número atómico es 9.



Su masa atómica es 18,998, tiene un punto de fusión de $-219,61\text{ }^{\circ}\text{C}$, un punto de ebullición de $-188,13\text{ }^{\circ}\text{C}$, y una densidad relativa de 1,51 en estado líquido y

a su punto de ebullición. Es el elemento no metálico más activo químicamente. Se combina directamente con la mayoría de los elementos e indirectamente con nitrógeno, cloro y oxígeno. Descompone a la mayoría de los compuestos formado fluoruros, que se encuentran entre los compuestos químicos más estables.³

Fuentes de obtención

Se estima que el flúor se halla en un 0.065% en la corteza terrestre; es casi tan abundante como el carbono, el nitrógeno o el carbono. Los compuestos cuyas moléculas contienen átomos de flúor están ampliamente distribuidos en la naturaleza. Muchos minerales contienen cantidades pequeñas del elemento, y se encuentra tanto en rocas ígneas como en rocas sedimentarias.

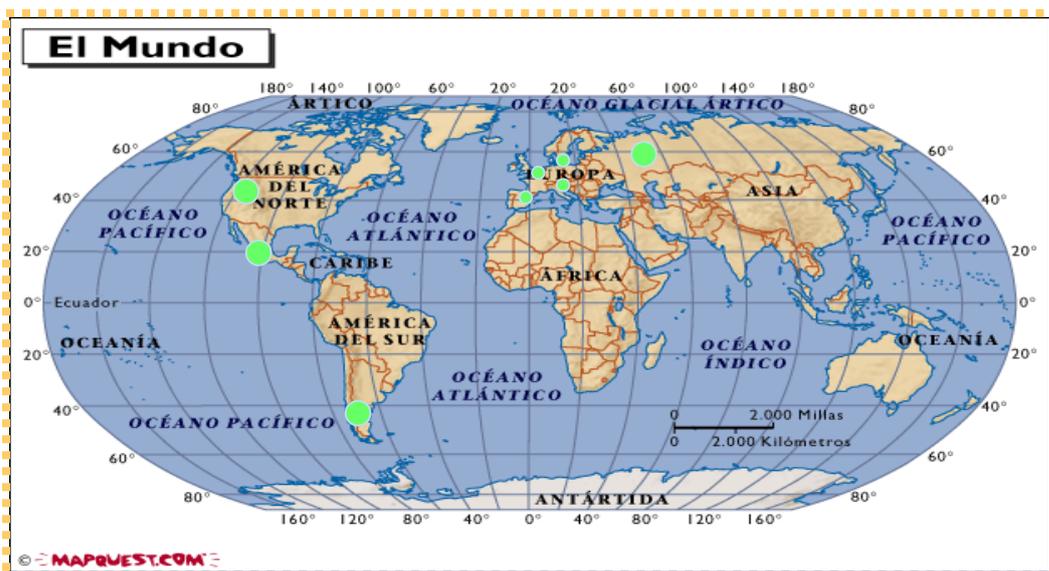
En el agua, aire, plantas y animales hay presencia de cantidades pequeñas de flúor.³

Lo podemos encontrar en cualquier tipo de comida en cantidades relativamente pequeñas, aunque los podemos encontrar en cantidades un poco mas elevadas en el té, los mariscos (especialmente en el pescado), el amaranto, las espinacas, el nopal, el chile serrano, lentejas, garbanzos, haba, tortillas amarillas y azules.⁴

El flúor esta presente en la corteza terrestre de forma natural, pudiendo ser encontrado en rocas, carbón y arcilla. Los fluoruros son liberados al aire cuando el viento arrastra el suelo.



Los más grandes yacimientos se encuentran en México, Unión soviética, EU, Checoslovaquia y España, entre otros.⁵



Las industrias liberan la forma gaseosa del flúor, el cual puede ser un gas muy peligroso en cantidades elevadas, pues puede causar la muerte. El flúor existe en la naturaleza, pero nunca solo, siempre estará combinado, en forma de fluorita, apatito y criolita; la fluorita de la cual se derivan la mayoría de los compuestos de flúor, se localiza con mayor frecuencia en México, el centro de Estados Unidos, Francia e Inglaterra.

También lo podemos encontrar en forma de fluoruros en el agua de mar, en los ríos y en los manantiales minerales. Ocupa el decimoséptimo lugar en abundancia entre los elementos de la corteza terrestre.⁷

II. Vías de administración

El flúor puede llegar a través de dos vías:

SISTÉMICA:

Es en la cual los fluoruros son ingeridos y vehiculados a través del torrente circulatorio depositándose fundamentalmente a nivel óseo y en menor medida e los dientes. El máximo beneficio de esta aportación se obtiene en el periodo pre-eruptivo tanto en la fase de mineralización como en la de postmineralización. La administración por vía sistémica de fluoruros supone la aportación de dosis continuadas y bajas del mismo, siendo por tanto los riesgos de toxicidad prácticamente inexistentes.

-fluoración de las aguas de consumo público: es el método más eficaz de todos los métodos conocidos. La dosis adecuada oscila entre 0.7 mg/L, o 0.7 a 1 ppm, siendo variable en función de las condiciones climatológicas.

1. -fluoración de las aguas en las escuelas: en este caso el agua debe de estar fluorada a un nivel de varias veces superior al recomendable en esa área.
2. -aguas de mesa con flúor: esta es otra manera de aporte de flúor, aunque es muy variable la dosis que cada compañía da a esta agua.
3. -suplementos de los alimentos con flúor: otra alternativa es incorporar flúor a determinados alimentos como la sal, la leche, la harina o los cereales. Su dosificación oscila entre los 200-250 mg

VIA TOPICA:

Supone la aplicación directa de los fluoruros sobre la superficie dentaria, por lo que su uso es posteruptivo, pudiendo iniciarse a los 6 meses de edad y continuarse durante toda la vida.

Lógicamente su máxima utilidad se centraría en los periodos de mayor susceptibilidad a la caries dental, infancia y primera adolescencia, o en adultos con elevada actividad.

La primera técnica de fluoruros tópicos que demostró eficacia implica el uso de una solución neutra de fluoruro de sodio al 2% (Knutson, 1948). También se utilizó fluoruro estanoal al 8%, según Gish y col, (1962). Pero era una solución muy inestable y causaba manchas pardas en el esmalte. Hoy en día se utiliza el flúor fosfato acidulado para las aplicaciones tópicas.

Las formas de presentación más común existentes para la aplicación tópica de fluor son:

- Barnices.
- Geles.
- Dentríficos.
- Colutorios.
- Seda dental fluorada.
- Pasta profiláctica.
- Chicles de fluor.



III. Metabolismo

La transferencia del flúor (en la forma aniónica o fluoruro) a través de las membranas biológicas, se efectúa mediante procesos pH dependientes, hecho que se relaciona con la mayor facilidad del ácido no dissociado (ácido fluorhídrico, HF) para atravesar la pared celular, lo que condiciona los mecanismos de absorción, distribución y excreción.

Absorción

La absorción del flúor se produce a lo largo del tubo digestivo, caracterizándose por una rápida difusión hacia la sangre. En general, la forma en la que se encuentra en el agua, es mejor absorbido que el combinado con proteínas en los alimentos, estimándose una absorción del 100%. Si existe ingestión simultáneamente de alimentos, este porcentaje de absorción varía, situándose entre el 50 y el 80%. Se absorbe él en estómago mediante un proceso pasivo, facilitado por la acidez gástrica y en el intestino mediante procesos pH dependientes.

Distribución

La concentración plasmática de flúor varía dependiendo del equilibrio entre la cantidad ingerida y la absorbida y la excretada, y generalmente está en función de la ingesta total del elemento, aunque de modo general se sitúa entre 0.14 a 0.19 mg/l, suponiendo el 75% del flúor en la sangre. El restante 25% se localiza en los hematíes.

La placenta, al menos en el hombre, se comporta como una barrera limitante para la difusión de los iones fluoruro hacia el embrión o el feto. De hecho sólo un 20% del flúor en el plasma de la madre es capaz de atravesarla.

El fluoruro absorbido tiene una gran afinidad por los tejidos calcificados, de tal manera que el 95% de la cantidad total de flúor presente en el cuerpo

humano se localiza en huesos y dientes. Su concentración en el hueso aumenta con la edad y es proporcional a la cantidad de flúor ingerida, a pesar de que determinadas investigaciones experimentales han puesto de manifiesto que el hueso presenta una capacidad cada vez menor de incorporar flúor con o sin exposición al mismo, hipótesis apoyada por la observación de que las personas de 50 a 60 años de edad excretan más flúor en la orina, lo que parece afianzar la idea de un descenso de la captación ósea de flúor con la edad, que además es inferior cuando ha existido una exposición previa alta y prolongada.

Asimismo, el diente incorpora flúor a lo largo de su maduración, de tal manera que el único aporte de flúor que puede recibir una vez concluida su formación proviene de los depósitos superficiales del elemento, con intervención de origen exógeno.

La distribución del flúor en los distintos tejidos dentales no es uniforme, de tal manera que la dentina presenta concentraciones de flúor 2 a 4 veces superiores a las del esmalte. Cerca de la pulpa, los niveles de concentración del elemento se elevan debido a la posibilidad del intercambio iónico con el plasma sanguíneo a su vez, el cemento es más rico en flúor que la dentina.

En los tejidos blandos y células, las concentraciones de flúor son relativamente constantes y se asemejan a las plasmáticas. Sin embargo, los líquidos intersticiales son más ricos en flúor que los intracelulares.

Por último, la saliva es pobre en flúor, con un contenido medio de 0.02 mg/l, contenido que no parece ser modificado por el consumo de agua fluorada.

Excreción

La excreción renal es la vía principal de eliminación de flúor ingerido, excreción que se produce también mediante procesos que son modificados por el pH. La excreción renal consta de filtración glomerular seguida de distintos grados de reabsorción tubular. Los pH bajos, es decir, la acidificación de la

orina, aumenta la reabsorción y reduce la eliminación; pH altos o la alcalinización de la orina, reduce la reabsorción e incrementa la eliminación.

Como ya se indicó, la excreción esta en función de la ingesta, de tal manera que cuando la exposición al flúor es regular, las concentraciones del elemento en la orina tienden a alcanzar las concentraciones presentes en el agua de consumo habitual. También se excreta flúor a través del sudor y las heces, aunque ambas vías están muy limitadas por numerosos factores, suponiendo un 10% del total del flúor ingerido.⁷

IV. Mecanismos de acción

El mecanismo de acción del flúor no es del todo conocido; como consecuencia de ello, se han emitido varias hipótesis en trabajos que sustentan la actividad preventiva del flúor frente a la caries.

-Se dice que a nivel de la fase mineral del diente, actúa inhibiendo la desmineralización y activando la remineralización del esmalte dental.

-A nivel de la placa bacteriana, hay una inhibición de determinadas enzimas que bloquean la glicólisis, el efecto bactericida del ácido HF y reducción de la base proteica de asentamiento de las bacterias y por lo tanto disminuyendo la placa; lo cual es un antimicrobiano directo, es decir, reduce la flora cariogénica.

-A nivel de la morfología del diente, aunque no hay ninguna teoría aceptada se dice que actúa sobre la morfología de la corona y en el retraso de la erupción.

-A nivel de la superficie del esmalte, hay una inhibición de proteínas y disminución de la energía superficial libre, por lo cual hace más resistente al diente.

De hecho se sabe que los iones fluoruro sustituyen a los iones hidróxilo de la molécula de hidroxiapatita (componente principal del esmalte), sustitución que tiene lugar principalmente durante el período de formación preeruptiva, dando lugar a la fluorapatita, caracterizada por una mayor dureza presentando mayor resistencia a la acción de los ácidos y por lo tanto al ataque carioso.

Por lo tanto, se cree que el mayor efecto protector del flúor se da, durante el período de formación del diente, es decir, durante los 7 a 8 años de vida.

V. Usos en odontología

En odontología el uso más frecuente del flúor es de forma tópica; esto tiene como fundamento intervenir en el proceso de desmineralización y remineralización, así como proporcionar la maduración del esmalte después de la erupción dental. Cuando el diente hace erupción, el esmalte capta flúor de la saliva, el agua y los alimentos, con lo cual continua su proceso de maduración y se vuelve más resistente a la caries; por tal razón en los primeros años de edad se indica la aplicación tópica de fluoruros en concentraciones más altas.

El flúor acidificado y adicionado con fosfatos tiene mejor resultado porque inhibe la pérdida de los mismos y la reacción se dirige hacia la formación de hidroxiapatita y fluorapatita. Asimismo, la administración constante de fluoruros en bajas concentraciones inhibe la producción de ácido por los microorganismos de la placa dentobacteriana y promueve la remineralización de las manchas blancas; por tanto, se recomienda su uso rutinario en dentífricos y colutorios.²

VI Técnicas de determinación.^{8,9}

Una concentración de fluoruro de aproximadamente 1.0 mg/lit en el agua potable o de beber, efectivamente reduce la caries dental sin efectos que causen daños a la salud.

El fluoruro puede presentarse naturalmente en el agua o puede añadirse en cantidades controladas.

Algunas fluorosis pueden presentarse cuando el nivel de fluoruro excede los límites recomendados, en raras ocasiones en las concentraciones de fluoruro que se presentan naturalmente pueden llegar a los 10 mg/lit, tales aguas deben de ser desfluoradas.

Una determinación exacta de fluoruro ha aumentado en importancia con el crecimiento de la práctica de la fluoración de los abastecimientos de agua, como una medida de salud pública.

El mantenimiento de una concentración óptima es esencial para mantener la efectividad de seguridad del procedimiento de fluoración.

TRATAMIENTO PRELIMINAR.

Entre los métodos sugeridos para la determinación de iones de fluoruro en el agua, el electrodo y los métodos colorimétricos son los más satisfactorios; porque ambos métodos no están sujetos a errores, debido a la interferencia de iones (Tabla 4500 F:1), y puede ser necesario destilar la muestra como se explica en la sección 4500 F-B antes de realizar la determinación.

Cuando los iones de interferencia no estén presentes en exceso de las tolerancias del método, entonces la determinación de fluoruro, se puede hacer mediante el método de destilación directamente.

SELECCIÓN DEL MÉTODO.

El método de electrodos es conveniente para las concentraciones de fluoruro de 0.1 a más de 10 mg/lit, adicionando los que estén libres de amortiguadores, el método de electrodo presenta mayores interferencias y efectos adversos para los métodos de SPADNS y el método colorimétrico, por lo cual es necesario realizar una destilación previa.

Algunas sustancias en los desechos industriales, tales como los fluorobatos, pueden ser suficientes y estar suficientemente concentradas para presentar problemas en las mediciones de los electrodos. Las mediciones de fluoruro pueden hacerse con un electrodo específico de iones, ya sea de una escala expandida de un medidor de pH, o un medidor de iones específico generalmente sin destilación, en el momento que sea necesario para el equilibrio de los electrodos.

El método de los SPADNS tiene un rango analítico de 0 a 1.40 mg F/lit con un desarrollo del color casi instantáneo. La determinación del color se hace fotométricamente usando un filtro fotométrico o un espectrógrafo. Una curva desarrollada de los estándares se usa para determinar la concentración de fluoruro de la muestra.

El fluoruro puede determinarse por el método de complejo uno automatizado (método E).

La cromatografía de iones (método F) (sección 4110) puede ser un método aceptado si el eluyente que se utiliza, es más débil para separar el flúor de los picos de interferencia.

MUESTREO Y ALMACENAMIENTO.

De preferencia usar botellas de polietileno para recolectar y almacenar las muestras para el análisis de fluoruro. Las botellas de vidrio son satisfactorias si previamente no han contenido soluciones altas en fluoruro. Aunque siempre deben de enjuagarse con una porción de la muestra.

Nunca utilice en exceso agente decolorante. Decolorine con arsenito de Sodio y no con tiosulfato de Sodio, cuando utilice el método de SPADNS, ya que este último puede producir turbulencia y provocar lecturas erróneas.

DESTILACION PRELIMINAR ^{8,9}

El fluoruro puede separarse de otros constituyentes no volátiles en el agua convirtiendo el hidrófluorico con ácido fluorosilico y la destilación subsecuente. La conversión se logra utilizando un ácido fuerte de alta ebullición. Para proteger a los materiales de una lastimadura de este ácido hidrófluorico, este se convierte en ácido fluorosilico utilizando cuentas subsecuentes de vidrio.

La recuperación de fluoruro cuantitativo se aproxima utilizando una muestra relativamente grande. El acarreamiento del ácido y del sulfato se minimiza destilando en un rango de temperatura controlada.

La destilación separa al fluoruro de la mayoría de las muestras de agua. Algunos fluoruros que están fuertemente enlazados, tales como algunos materiales biológicos, pueden requerir una destilación, pero las muestras de agua rara vez requieren de un tratamiento tan drástico. Los procedimientos de destilación producen un volumen de destilación igual al de la muestra original de agua para que no sea necesario incorporar un factor de disolución, cuando se exprese en los resultados analíticos. La destilación estará esencialmente libre de sustancias que puedan interferir con la determinación de fluoruro, si el aparato que se utiliza es adecuado y la destilación se ha llevado a cabo de una

manera adecuada. El único constituyente volátil común provocar interferencia en el análisis calorimétrico de la destilación es el cloro o cloruro. Cuando la concentración de cloro es lo suficiente mente alta como para interferir se utilizará sulfato e plata con la mezcla de destilación o ácido sulfúrico para minimizar la volatilización del cloro de hidrógeno.

APARATO

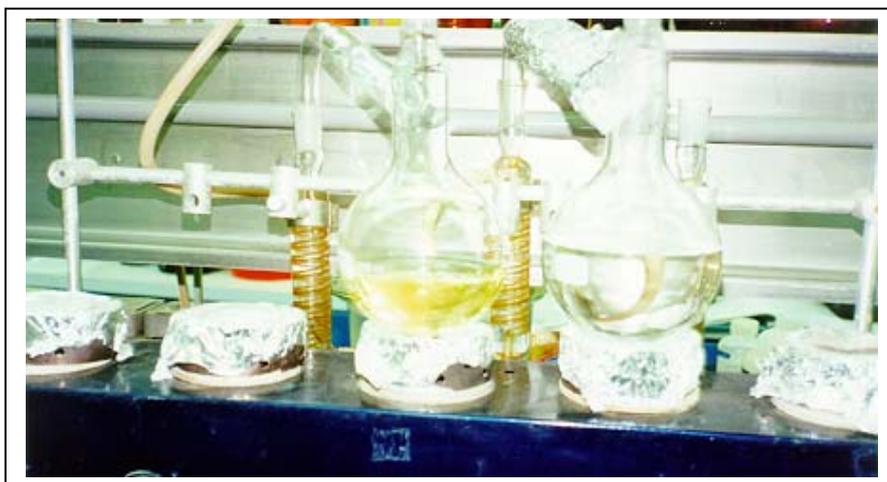
El aparato de destilación consiste de un frasco de hierro hirviente, con cuello largo de monocilicato de fondo redondo de 1 L, un tubo conector, un condensador eficiente, un adaptador de termómetro y un termómetro que pueda leer hasta 200°C. Utilizar uniones estándar en todas las conexiones en el camino de vapor directo. Colocar el termómetro para que le bulbo siempre quede inmerso en un mezcla hirviendo. El aparato debe desensamblarse fácilmente para permitir añadir la muestra, substituir un termo regulador y un circuito necesario para el termómetro aceptable y proporcione cierta automatización.

Los tipos alternativos de aparatos de destilación se pueden utilizar y evaluar cuidadosamente, cualquier aparato para la recuperación de fluoruro y transportación de sulfato, los puntos críticos son obstrucciones en el camino de vapor y en atrapamiento del líquido en el adaptador y el condensador. El condensador debe de tener en el camino de vapor un mínimo de obstrucción y un adaptador de doble jacket, con agua que se enfría en la parte exterior y en el tubo espiral interior y serial; pero otros condensadores son aceptados si tienen obstrucciones mínimas.

1. manto de calentador hemisférico de cuarzo, para una operación de voltaje alto.
2. un removedor magnético y una barra removedora de cubierta con TFE.
3. cuentas de vidrio suave.

REACTIVOS

- * Ácido sulfúrico H_2SO_4 grado de reactivo
- * sulfato de plata Ag_2SO_4 cristales grado de reactivo



PROCEDIMIENTO

a.- Colocar 400ml de agua destilada en el frasco de destilación y con la operación del removedor magnético, cuidadosamente agregar 200ml de la concentración de H_2SO_4 , guardar la mezcla operación a través de la destilación, agregar un poco en un recipiente de vidrio y conectar e aparato como se muestra en la figura 4500 F- :!; y hacer que todas las conexiones embonen bien. Empezar a calentar y continuar hasta que el contenido este a $180^{\circ}C$, y retener el calor, es necesario retirar el calor hasta marque $178^{\circ}C$, para prevenir calentamientos. Desechar el destilado. Este proceso quita la contaminación de fluoruro y ajusta la proporción ácido-agua para destilados subsecuentes.

b.- Después de que la mezcla de ácido que permanece en los pasos descritos o en las destilaciones previas se han enfriado a 80°C o menos, agregar 30 ml de la muestra, con el removedor operando y destilar hasta que la temperatura llegue a 180°C, para prevenir el transporte de sulfato apagar el calor antes de que llegue a los 178°C, retener el destilado para el análisis.

c.- Añadir Ag₂SO₄ en un frasco destilador a una tasa de 5mg/mg Cl cuando la concentración de cloro es demasiado alta para interferir (tabla 4500-F:1)

d.- Utilizar H₂SO₄ de solución en un frasco repetidamente hasta que los contaminantes para la muestra a tal grado que la recuperación se afecte por las interferencias que aparecen en el destilado. Revisar el ácido aceptado previamente destilado, las muestras de fluoruro estándar, y analizar el flúor como el sulfato. Después de que las muestras se destilen contienen más de 3mg F/ L, enjuagar todavía añadiendo 30ml de agua destilada, redestilar, combinar los dos destilados de flúor. En caso de que sea necesario repetir el lavado hasta que el contenido del destilado sea un mínimo. Incluir el flúor adicional recuperado con aquel de la destilación primaria, después de los periodos de inactividad simplemente lavar y descartar el destilado.

METODO DEL ELECTRODO DE ION SELECTIVO

-

El electrodo de fluoruro es un censor de sección de iones, el elemento clave en el electrodo es el tipo láser con cristales de fluoruro de lantano atravesados, cuyo potencial se establece con las soluciones de fluoruro de diversas concentraciones. El cristal contacta la solución de la muestra en una fase y en una solución de referencia interna por la otra, la celda puede ser representada:



Solución de referencia del electrodo

El electrodo del fluoruro, puede utilizarse con un calomelo estándar, y con un electrodo de referencia, y casi cualquier medidor de pH moderno que tenga una escala expandida de milivoltios. El electrodo de fluoruro mide la actividad de iones de flúor en la solución y no en la concentración. La actividad de iones de flúor depende de la solución total de fuerza iónica y de pH y de la especie compleja de flúor.

Añadir una solución amortiguadora o Buffer apropiada proporciona una fuerza iónica casi uniforme en la parte trasera, ajusta el pH y rompe los complejos para que efectivamente el electrodo mida la concentración.

El fluoruro forma complejos con varios cationes polivalentes principalmente aluminio y hierro. La extensión a la cual se lleva a cabo esta situación compleja depende del pH en la solución, de los niveles relativos de flúor y de las especies complejas. Sin embargo, el CDTA (ácido ciclohexilendiametetrato), un componente de la solución amortiguadora, de preferencia con los cationes que interfieren en complejo y liberan iones de flúor. Las concentraciones de aluminio, la interferencia más común, es de 3.0 mg/L, pueden ser más complejas. Una solución ácida forma un complejo ionizado pobremente HF-HF, pero la solución amortiguadora mantiene un pH por arriba de 5, para minimizar la formación del complejo de fluoruro de hidrogeno.

La solución alcalina de iones de hidróxido también puede interferir con la respuesta de los electrodos anión flúor, cuando el ion hidróxido y sus concentraciones son mayores por una décima de concentración de ion de flúor, los fluorobatos se utilizan ampliamente en los procesos industriales. Diluir las soluciones de fluorobatos, del ácido fluorobático, hidrolizarlo para liberar los iones de flúor pero en una solución desconcentrada, como en los desechos de las electroplacas. La hidrólisis no se presenta totalmente.

APARATOS

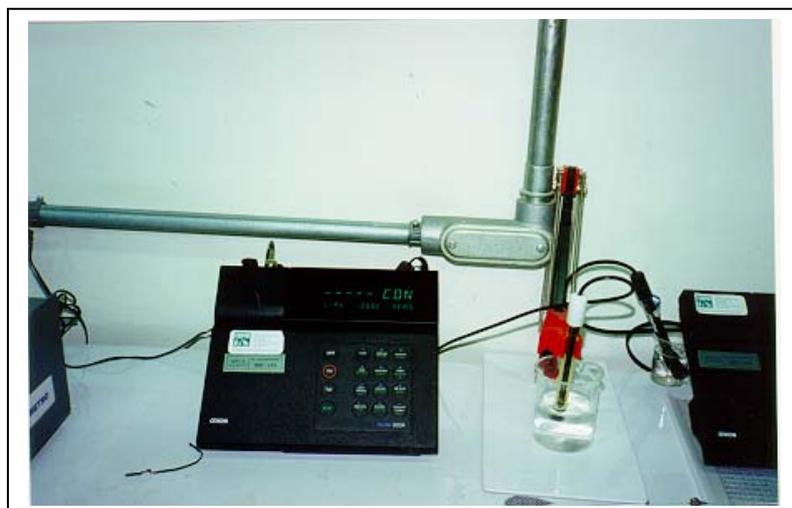
*El medidor de pH digital o de escala expandida o el medidor selectivo de iones.

*Electrodo de referencia tipo mangano: que utiliza electrodos de referencia de punta de fibra, porque muestran un comportamiento más bien errático en muchas soluciones diluidas.

*Electrodo de flúor.

*Removedor magnético, con una barra removedora recubierta de TFE.

*Cronómetro.



REACTIVOS

-solución de almacenamiento de fluoruro: disolver 221.0 mg de fluoruro de sodio anhidro en agua destilada y diluir 1000 ml: 1.00ML =100 ug F.

-el buffer de fluoruro: colocar 500 ml aproximadamente de agua destilada en un vaso de precipitados de 1-l y añadir 5⁸7 ml de ácido glacial, 58 g de cloruro de sodio y 4.0 g, 1.2 de CDTA; remover para disolver, colocar en un vaso de precipitados en un baño de agua fría y añadir lentamente esto e ir removiendo hasta que el pH se encuentre entre 5.3 y 5.5, transferir esto en un vaso volumétrico de 1l y añadir agua destilada hasta la marca. Utilizando la solución buffer concentrada seguir las indicaciones del fabricante.

PROCEDIMIENTO

-Instrumentos de la calibración: no se requieren ajustes importantes para cualquier instrumento normalmente. Para usar los electrodos en un rango de 0.2 a 2.0 mg F /L; par estos instrumentos en 0, en una escala del centro ajustar el control de calibración para que el 1.0 mg F /L de lectura estándar y lea en el centro cero (100m V), cuando el medidor este en una ubicación expandida. Esto no puede hacerse en algunos medidores que no tengan un control de calibración en milivoltios, para utilizar un medidor selectivo de iones, seguir las instrucciones del fabricante.

-Preparación de soluciones estándares de flúor: preparar una serie de estándar, diluyendo con agua destilada 5.0 a 10.0 y 20.0 ml de solución estándar flúor a 100ml con agua destilada. Estos estándares son equivalentes a 0.5. 1.0 y 2.0 mg F/L.

-Tratamiento de estándares y muestras: en 100 ml en vasos de precipitados y otros recipientes convenientes, se les añade con una pipeta volumétrica de 10 a 25 ml de la muestra estándar. Llevar los estándares muestra y la muestra a la misma temperatura, de preferencia a temperatura ambiente, añadir un

volumen igual de amortiguador. El volumen total debe ser suficiente para sumergir los electrodos y permitir la operación de la barra removedora.

-Medición con electrodos: sumergir los electrodos en cada uno de las soluciones estándar con flúor y medir el potencial desarrollado con un removedor magnético o normal, evitar remover antes de sumergir los electrodos, debido a que el aire atrapado alrededor del cristal puede producir lecturas erróneas o fluctuaciones en la aguja. Dejar que los electrodos permanezcan en la solución 3min (o hasta que la lectura se constante), antes de tomar una lectura de milivoltios final. Una capa de material aislante entre el removedor y el vaso de precipitado minimiza el calentar la solución. Retirar los electrodos enjuagar con agua destilada y secar con un paño entre las lecturas. (PRECAUCION: el secar puede envenenar el electrodo si no se hace con precaución). Repetir las mediciones con las muestras, cuando se utilice un medidor de escala expandida de pH o un medidor de iones selectivos, frecuentemente se debe de recalibrar el electrodo, revidando el potencial de lectura de 1.00 mg F/L, en un estándar y ajustar el control de calibración en caso necesario hasta que el medidor tenga la misma lectura que antes.

-Si un instrumento de lectura directa no se utiliza entonces las mediciones potenciales se deben de graficar de los estándares de flúor contra las concentraciones en un papel grafito semilogaritmico en dos ciclos.

-Graficar los miligramos F por litro en el eje logarítmico (ordenada), con la concentración mas baja en la parte de debajo de la grafica, graficar los milivoltios en la abcisa y del potencial de medición de cada muestra leer la concentración correspondiente de flúor a partir de la curva estándar. El método conocido de suma puede ser substituido por el método de calibración descrito, seguir las instrucciones del fabricante del instrumento.

METODO DE SPADNS

SPANDS es un método calorimétrico basado en la reacción del fluoruro y el lago de teñido de zirconio. El fluoruro reacciona con el lago de teñido, disociando una porción de este en el complejo incoloro de aniones (ZrF), y en la tinción. Mientras la cantidad de fluoruro aumenta, el color producido se vuelve progresivamente mas claro.

La tasa de reacción entre el fluoruro y los iones de zirconio esta muy influenciada por la acidez de la mezcla de la reacción, si la proporción de ácido en el reactivo se anula, la reacción puede hacerse casi de manera instantánea, bajo tales condiciones, sin embargo; el efecto de los diferentes iones difiere de aquel en los métodos convencionales de alizarin. La tinción de sección para este método de flúor rápido esta gobernada enormemente por la tolerancia de los resultados de estos iones.

B.- Interferencia: tabla 4500-F:l, lista común de interferencias. Debido a que estos no son de adición es imposible una compensación matemática, cuando exista alguna sustancia presente en suficiente cantidad para producir el error de 0.1 mg/L, o cuando el efecto de interferencia total este en duda se debe de destilar la muestra.

También se debe de destilar la muestra turbada o coloreada en algunas instancias, una dilución de la muestra o un a cantidad adecuada de aditivo de sustancias que interfieran con los estándares, puede utilizarse para compensar el efecto de la interferencia.

Si la alcalinidad es la única interferencia significativa neutralizarla con ácido nítrico o hidrocórico, puesto que el cloro interfiere y proporciona una remoción de este.

Las medidas volumétricas de la muestra y el reactivo son extremadamente importantes para una exactitud analítica. Utilizar las muestras y las normas en una misma temperatura, o por lo menos en el rango de los 2°C, mantener la

temperatura durante todo el periodo de revelación del color. Preparar diferentes curvas de calibración para los diferentes rangos de temperatura.

APARATOS

Equipo colorimétrico: una de las siguientes situaciones requiere.

1. espectrofotometro, para utilizarse a 570nm proporcionando un camino de luz de por lo menos un centímetro.
2. filtro fotométrico: proporcionando un camino de luz de al menos un centímetro, y equipado con un filtro amarillo verdoso que tiene una transmisión máxima de 550 a 580nm.

REACTIVOS

- Solución de flúor estándar: preparado como se dirige en el método del electrodo, sección 4500 F C 3b.
- Solución SPADNS: disuelva 958 mg de SPANDS, sodio 2 (parasulfopenlazo), 1,8-dihidroxi-3,6- naftalina, además agregamos 4,5-dihidroxi-3(parasulfohidroxilo)-2,7-de disulfuro naftalico, ácido trisodico, y se diluyen con 500ml de agua destilada; estas soluciones se instalan al menos un año si se protegen de la luz solar directa.

*Reactivo de ácido zirconio: disolver 133mg de sirconil de ácido zirconio, $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ en 25 ml de agua destilada adicionar 350ml concentrada de HCl y diluir 500ml en agua destilada.

*Reactivo de ácido zirconio SPADNS: mezclar volúmenes iguales de solución SPANDS, y reactivo. El combinado de reactivo es estable por lo menos 2 años.

*Solución de referencia: adicionar 10ml de solución SPANDS en 100ml de agua destilada. Diluir 7ml de concentrado de HCl en 10ml y

adicionar la solución SPANDS diluida. La solución resultante se usa para la referencia de los instrumentos (cero), esto puede ser estable por un año; como alternativa se usa un preparado estándar de 0mg F /L como referencia.

*Solución de arsenito de sodio: disolver 5.0 g de NaAsO diluirlo en 1l de agua destilada (PRECAUCION- la ingesta puede ser tóxica).

PROCEDIMIENTO

1. Preparación de una curva estándar: preparar el estándar de flúor a un rango de 0 y 1.40 mg F /L diluyendo aproximadamente cantidades iguales de solución de flúor estándar 50ml en agua destilada. En una pipeta tener 500ml de solución SPANDS, y agente reactivo de ácido zirconio, o 10.00ml de mezcla de reactivo de ácido zirconio y SPANDS, evitar contaminación. Dejar que descanse en un fotómetro de observancia cero, con una solución de referencia y obtener lecturas de observancia de los estándares. Graficar una curva en miligramos de relación de observancia del flúor. Preparar una curva estándar cuando un reactivo fresco se haga en una temperatura diferente, si se desea y como una alternativa utilizar como referencia un fotómetro a cierto punto conveniente (0.300 o 0.500 de absorbancia) con un preparado estándar de 0mg F /L.
2. Muestra previamente al tratamiento: esta es una muestra con terminado de residuos cloro, quitarla adicionando una gota de solución (0.05ml) solución de NaAsO 0.1mg de cloro residual y mezclar (concentración de arsenito de sodio en 1300mg/L produce un error de 0.1mg /L y 1.0mg F /L)
3. Revelación de color: utilizar 50.0ml de muestra, una proporción diluida de 50ml en agua destilada. Ajustar la temperatura para la muestra a la que se utiliza para la curva estándar, añadir 5.00ml de SPANDS en solución de reactivos de ácido zirconil, o 10.00ml de ácido zirconio, de reactivo SPANDS, el punto de referencia del fotómetro como se muestra

anteriormente. Si la absorbancia reacciona más allá del rango de la curva estándar, repetirla usando una muestra diluida.

METODO DE LA COMPLEJONA

La muestra se destila en el sistema automatizado y se destila en reacción con el lantano azul de flúor de lazarin en el reactivo para formar un complejo azul que se mide colorimetricamente a 620nm.

Interferencias: la interferencia normalmente asociadas con la determinación de flúor es removido por destilación.

Aplicación: este método se aplica a una superficie potable de aguas salinas, así como también aguas de desecho domestico e industrial.

El rango del método que se puede modificar utilizando un colorímetro ajustable de 0.1 a 2.0mg F-/L.

APARATO

El instrumento analítico requerido de flujo continuo consiste de componentes intercambiables en el número y manera que se necesite.

REACTIVOS

1. Solución estándar de flúor: preparar concentraciones apropiadas de 0.10 o 2.0mg F-/L, usar una solución fluorada que esta en almacenamiento. (sección 4500 F-c3a)
2. Reactivo de destilación: añadir 500ml de concentrado de H₂SO₄ aproximadamente, 600ml de agua destilada, añadir 10.00ml de solución fluorada almacenada y diluir en 1000ml
3. Solución amortiguadora de acetato: disolver 60g de acetato de sodio anhídrido, aproximadamente en 600ml de agua destilada, añadir 100ml de concentración (glacial) diluido en un litro de ácido acético.
4. Solución almacenada de azul de flúor de alazarin: añadir 960mg de flúor de alazarin C₁₂H₆O₆N₂ (CH₂-COOH), en 100ml de agua destilada. Añadir una concentración de 2ml de NH₄OH y mezclar hasta que se

- disuelva, añadir 2ml de concentración (glacial) de ácido acético diluido en 250ml y almacenar en una botella color ámbar en el refrigerador.
5. Solución de nitrato de lantano almacenada: disolver 1.08g de La (NO) en aproximadamente 100ml de agua destilada. Diluir 250ml y almacenarla en el refrigerador.
 6. Trabajo con un reactivo de color: mezclar de la siguiente manera, 300ml de solución amortiguadora de acetato, 150ml de cetona, 50ml de butamol terearico, 36ml de solución almacenada de flúor azul de alzarin, 40ml de solución almacenada de nitrato de lantanium, 2ml de polietileno y 23 de laurín éter, diluirlo en 1l de agua destilada. Este es un reactivo estable por 2 a 4 días.

PROCEDIMIENTO

No se requiere de una preparación especial de la muestra. y seguir las instrucciones del fabricante.

CALCULAR

Preparar curvas estándar graficando las alturas pico de los procesos estándar a través de la manivela, contra de las concentraciones de los constituyentes en las normas o en los estándares. Computarizar las concentraciones de la muestra comparando la altura de la muestra pico con la muestra estándar.

METODO DE CROMATOGRAFIA DE IONES

VALOR DEL PH

La medición del pH es una de las más importantes y las pruebas mas utilizadas en la química de agua. Prácticamente cada fase del suplemento de agua y agua de desecho o de tratamiento, ejemplo, ácido – base, neutralización, de agua gaseosa, precipitación, coagulación, desinfección y control de corrosión. Es pH dependiente. El pH utiliza en la alcalinidad y en las mediciones de dióxido de carbono y en muchos desequilibrios ácido-base. En una temperatura dada por la intensidad ácida o básica de algunas soluciones, está indicado un pH o por la actividad de iones hidrogeno.

La alcalinidad y la acidez son las capacidades de neutralizar, los ácidos o los básicos del agua expresados en miligramos CaCO_3 por L.

La capacidad buffer es la cantidad de ácido o base usualmente expresados en moles por litro, que se necesitan para cambiar el valor de pH de un litro por unidad de muestra. El pH se define por Sorenson,



METODO ELECTROMETRICO

Las mediciones de pH electrométrico es la determinación de la actividad de los iones hidrógeno por las mediciones potenciométricas, utilizando un electrodo de hidrogeno estándar y un electrodo de referencia. El electrodo de hidrogeno, consta de un electrodo de platino a través del cual, el gas hidrogeno forma burbujas a una presión de 101 kPa. Debido a la dificultad de su uso y al potencial de envenenamiento del electrodo de hidrogeno se utiliza comúnmente. La fuerza electromotora producida en el sistema de electrodo de vidrio varia linealmente en el pH. Esta relación lineal se describe graficando la medición de (emf) contra el pH de los diferentes amortiguadores.

La muestra de pH se determina por la extrapolación, debido a que la actividad de un ion único, tal como el a_{H^+} no se pueden medir, el pH se define operacionalmente en una escala potenciométrica.

La tabla 6010 nos muestra los métodos analíticos específicos aplicables para cada cómputo. La guía de selección del método se proporciona en cada sección.

RECOLECCION DE MUESTRAS Y CONSERVACION

Compuestos orgánicos volátiles

El uso de 25 a 40ml vial equipado con una tapa de tornillo con un agujero en el centro y un septum de silicona y un TFE-de fase. Lavar los frascos las tapas y los septum con detergente y enjuagar con una tapa y agua destilada y secar a 105°C por una hora, antes de utilizarlo en un área libre de vapores orgánicos.

NOTA.- no calentar los sellos por un periodo extendido de tiempo (no mayor a 1h), debido a que la capa de silicón se degrada ligeramente a 105°C.

cuando las botellas están fías sellar con sellos de TFE. Alternativamente comprar los viales prelimpios libres de sustancias orgánicas volátiles.

Recolectar todas las muestras por duplicado, preparar y replicar los campos y los espacios reactivos con un juego de cada muestra. Un juego de muestra es que todas las muestras se recolectan del mismo muestreo generalmente y del mismo sitio aproximadamente al mismo tiempo. Preparar los espacios en blanco de los reactivos en el laboratorio llenando un mínimo de dos botellas de muestra con agua reactiva, sellar y enviar al lugar de muestreo junto con las botellas de muestra.

Llenar las botellas hasta el punto de derramarse, sin que atrapen burbujas de aire a través de la muestra y sellarlas. Cuando las muestras de agua hayan sido tapadas, abrir la tapa y enjuagar hasta que la temperatura del agua se haya estabilizado (usualmente por 10min). Ajustar las tasas de flujo a 500ml /min. Y recolectar muestras de duplicado del arroyo que fluye, cuando se muestre de un cuerpo abierto de agua llenar una botella de boca ancha o vaso de precipitados con una muestra representativa y cuidadosamente llenar las botellas de muestra a partir del contenedor o del recipiente.

La preservación de las muestras depende mucho de los constituyentes, del objetivo y de la matriz de la muestra. La investigación constante indica que las siguientes áreas son de preocupación: una biodegradación rápida de compuestos aromáticos, incluso en temperaturas bajas; una reacción de deshidrogenación, tales como la conversión de pentacoretanos y tetracloretanos de reacciones con alkibenzanos y muestras clorinadas, incluso después de la acidificación y posibles interacciones entre los conservadores y los reductores con una declorinación que se utiliza para prevenir una formación de artefactos, especialmente en las muestras que potencialmente contengan muchos compuestos objetivo.

Existe todavía un solo preservativo que puede recomendarse. Lo ideal sería mantener una muestra a 4°C y analizarla inmediatamente. En la práctica existen los retrasos entre el muestreo y el análisis. La preservación y la conservación se resumen en la tabla 6010:II.

- Para las muestras y los espacios en blanco que contienen constituyentes volátiles pero no contienen cloro residual, añadir HCl (cuatro gotas 6HCl /40ml) para prevenir la biodegradación y la dehidrohalogenación.
- Para las muestras y los espacios en blanco que contengan cloro residual, añadir un agente reductor; ácido ascórbico (25mg/40ml) suele ser óptimo, pero demuestra que este reductor es apropiado para la matriz de muestra específica. Tiosulfato de sodio (3mg/40ml)
- En todos los casos los espacios en blanco de los reactivos para asegurar ausencias de interferencias se debe de poner y se debe añadir ácido ascórbico o HCl a la botella muestra inmediatamente antes de enviar la muestra al lugar donde se envía, o inmediatamente antes de llenar las botellas muestra.

Cuando ambos conservadores se necesiten, añadir solamente uno de los agentes antes de llenar la botella muestra, para evitar las interacciones entre el ácido y el agente reactivante. Añadir el segundo conservador una vez que la botella este casi llena. Sin embargo, si existe evidencia de que las interacciones ácido y agente reductor no van a crear problemas analíticos o de conservación, y se pueden añadir simultáneamente.

Se deben de sellar las botellas de una manera muy apretada y boca abajo, después de muestrear y de la conservación se debe de mover de arriba hacia abajo varias veces para mezclar. Enfriar las muestras a 4°C inmediatamente después de la recolección y mantenga a una temperatura en una atmósfera libre de vapores de solventes orgánicos hasta que se analice. Normalmente analizar todas las muestras dentro de 14 días de recolección. Tiempos mayores o menores pueden ser adecuados, dependiendo de los constituyentes de la matriz de la muestra. Desarrollar datos para mostrar los tipos alternos de espera que puedan ser apropiados.

METODOS ANALITICOS

Generalmente involucran el aislamiento de concentraciones a partir de los orgánicos de una muestra por solvente o extracción de gases, separación de los componentes, e identificación y cuantificación de los componentes con un detector.

METODO CROMATOGRAFICO DE GASES.

La cromatografía de gases (GC) es un método altamente sofisticado con procedimientos microanalíticos. Deben de utilizarse solamente por analistas experimentados en las técnicas que se requieren, y personal competente para evaluar e interpretar los datos.

a. Cromatografía de gases:

1. - Principalmente la cromatografía de gases es una fase móvil (o un gas transportador) y una fase estacionaria (o una columna de empaque o un revestimiento de columna capilar), se utilizan para separar compuestos individuales. El gas transportador es el nitrógeno, el argometano, el helio o el hidrógeno. Para las columnas empacadas la fase estacionaria es un líquido que se ha revestido con un sólido granular inerte llamado columna de empaque, que se detiene en un tubo de vidrio de borosilicato. La columna se instala en un horno con la entrada unida a un inyector de calor que bloquea la salida, unida a un detector. Una temperatura constante y precisa, se debe de mantener en el bloque inyector en el horno y los detectores.



Cuando la solución de la muestra se presenta en la columna, los compuestos orgánicos se evaporan y se mueven a través de la columna por el gas transportador. Viajan a través de la columna diferentes tasas, dependiendo de las diferencias entre los coeficientes de participación, entre las fases móviles y estacionarias.

Interferencias. Algunas interferencias en el análisis CG, se presentan como resultado de la muestra, en solvente o en la contaminación del gas transportador, debido a que grandes cantidades del compuesto pueden inyectarse en la CG y jugar con el detector. El cloruro de metileno, el cloroformo y otros hidrocarburos y solventes de hidrocarburo son contaminantes ubicuos en los laboratorios ambientales.

Se tienen que hacer grandes esfuerzos para aislar el sistema analítico de áreas de laboratorio donde estos otros solventes se estén utilizando. Un contaminante importante en las muestras es el azufre; que se encuentra gradualmente en extractos de aguas naturales, de desecho, sedimentos o extractos de lodo, los cuales pueden contener compuestos de azufre reducido elemental o polimérico.

Eliminar esta interferencia añadiendo una pequeña cantidad de mercurio, cobre o rellenos de este tipo para precipitar al azufre y convertirlo en un sulfito metálico.

Fuentes de interferencia que origina la cromatografía y las contramedidas son las siguientes:

1. Sangrado del septum o del tabique: se presenta cuando los compuestos utilizados para hacer el septum en la inyección del cuarto de la CG al sangrado del septum calentado. Estos altos pesos moleculares de los compuestos de silicón, se distinguen mucho de los compuestos normalmente encontrados en las muestras ambientales, sin embargo, minimizar el sangrado del septum utilizando un barrido del septum, en el cual al gas transportador pasa por encima del septum para lavar los compuestos sangrados.
2. Picos fantasmas. Estos picos se presentan cuando una muestra inyectada contiene ya sea una gran cantidad de compuesto dado o un compuesto que observe el recubrimiento de la columna o las partes de inyección; cuando una muestra subsecuente se inyecta, los picos pueden aparecer como resultado de la inyección previa. Para eliminar estos picos se inyecta una muestra diluida, produciendo menos derivados de los reactivos de un compuesto, que pueden interactuar fuertemente con la columna del material seleccionado, un recubrimiento de la columna que provoca estas interacciones o inyectando los espacios de solventes entre las muestras.

Detectores. Varios detectores están disponibles para utilizarse con el sistema de CG; ver métodos individuales para las recomendaciones de detectores apropiados.

El detector de conductividad es un detector sensible y específico a los elementos que ha ganado una considerable atención debido a su aplicación de análisis de CG, de los compuestos ambientales significativos. Se utiliza en el análisis de los halocarburos que se puedan purgar, los pesticidas, los herbicidas, los farmacéuticos y las nitrosamidas; estos detectores son capaces de operar en cada uno de ellos en cuatro modos específicos: halógenos (X), nitrógenos (N), azufre (S), nitrosamidas (NO). Solamente los compuestos orgánicos que contienen estos elementos detectarán.

Los productos gaseosos se transfieren por el detector a través de un intercambio condicionado de iones de resina o del tallador o del estropajo. En el modo de halógeno solamente el Hx es detectable, mientras que el NH₃ o el N₂S y el H₂S, en caso de que estén presentes se eliminan con un estropajo de lana o de calidad KHO.

El detector consiste de una pequeña flama de difusión de hidrogeno aire que quema al final de un jet. Cuando los compuestos orgánicos entran a la llama a partir de la columna, eléctricamente cargada se forma en intermediario. Estos se recolectan aplicando un voltaje a través de la flama. La corriente resultante entonces se amplifica por un electrómetro y se mide, la respuesta del detector es directamente proporcional a la masa total que entra al detector por unidad de tiempo y es independiente a la concentración del gas transportador.

Detector de fotoionización: la fotoionización se presenta cuando un a especie molecular absorbe un foton de energía ligera, se disocia en un ion, de origen (padre), y un electrón.

El detector de fotoionización (PID), detecta especies orgánicas y algunos inorgánicos en el efluente de un cromatógrafo de gases con límites de detección tan bajo de un rango de pico gramo.

Espectrómetro de masa: El espectrómetro de más (MS) tiene la habilidad de detectar una amplia variedad de compuestos, la capacidad de deducir las estructuras de compuestos de patrones de fragmentacion; entre los diferentes tipos de espectrómetros de masa el cuadrupolo se ha convertido en el mas ampliamente usado, tanto en el analisis de agua como en el de agua de desecho. El MS detecta compuestos ionizando las moléculas en especie cargadas con un rayo 70-e V; los iones se aceleran hacia el filtro del cuadrupolo de masas a travez de una serie de lentes que se sostiene de 0-200 V. Los fragmentos cargados de diferentes tamaños se separan de acuerdo a la proporcion de masa carga (relacionada con el peso molecular), a travez del cuadrupolo de masas, que utiliza campos de radio frecuencia (rf) y electricidad. El cuádrupolo se conecta a una computadora que varia estos campos solo

hasta unos fragmentos de una proporción de masa a carga(+0.5) en particular puede atravesar el cuádrupulo en un momento.

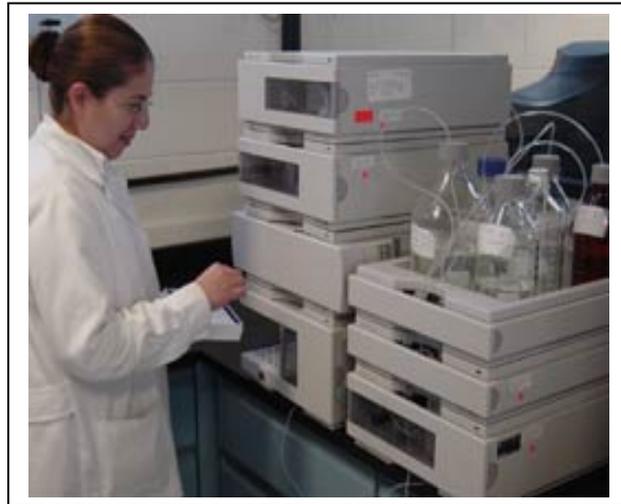
Cuando los iones dejan el cuádrupolo son atravesados por el multiplicador de electrones a través de un potencial eléctrico de varios miles de voltios. Los fragmentos cargados a su vez se detectan por el multiplicador de electrones; debido a los campos eléctricos y de rf estos tienen ciclos durante algunos segundos y un patrón de fragmentación. Cada ciclo se lleva a un escáner de masa. LA mayoría de los químicos tienen patrones de fragmentación llamado espectro de masas, la computadora contiene y puede buscar una biblioteca de espectros de masas conocidos, para identificar tentativamente un compuesto desconocido que exhibe un espectro en particular. Se utilizan compuestos auténticos para confirmación, después de que se han hecho identificaciones tentativas.

Las interferencias de masas, de fondo pueden resultar de la habilidad del espectrómetro de masas para detectar cualquier ion creado en su volumen de iones (hasta una masa específica. Cualquier compuesto continuamente presente en la fuente se detecta; algunos iones de masa que están siempre presentes, se deben a los componentes de aire que se filtran en el sistema, tales como el oxígeno(masa 16 y 32), nitrógeno (masas 14 y 28), dióxido de carbono masa 44), argon masa 40) y agua (masa18). O el gas transportador de helio (masas 4 y 8) con los vapores de difusión de la bomba de aceite.

3- METODOS DE ALTO DESMPENÑO DE LA CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS (HPLC)

- a. **Principio:** Esta cromatografía de alto desempeño es una técnica analítica en la cual una fase de liquido móvil transporta una muestra a través de una columna que contiene una fase estacionaria del liquido. LA interacción de la muestra con la fase estacionaria selectivamente retiene los compuestos individuales y permite la separación de los componentes de las muestras. La detección de los compuestos de las

muestras separadas se logra principalmente a través del uso de los detectores de absorbancia para los compuestos orgánicos y a través de la conductividad y de los detectores electroquímicos para los componentes de metal e inorgánicos.



b. Detectores

- Detector de Disposición de Fotodiodos (PDAD). Este PDAD mide la absorbancia de una muestra a partir de una fuente de luz de incidencia (UV-VIS). Después de pasar a través de la célula de la muestra, la luz se dirige a través de una rejilla holográfica que separa el rayo en sus longitudes de onda, reflejadas en una disposición lineal de los fotodiodos. Esto permite una total absorbancia del espectro que se obtendrá en un segundo o menos, y múltiples longitudes de onda simultáneamente en el análisis. El PDAD esta sujeto a la interferencia encontrada con todos los detectores de absorbancia; de una importancia especial para el HPLC, es el enmascaramiento de la region de la absorbancia del HPLC de su fase movil y de sus aditivos, esto puede reducir el rango y la sensibilidad de detectar a los componentes de una muestra. La mayoría de las interferencias ocurren en el monitoreo de longitudes de onda mas corto (200 a

300nm). En esta región, muchos compuestos orgánicos absorben la energía de luz y pueden ser fuentes de interferencia.

- Reactores Post-Columnares. Los PCR constan de un equipo en línea de muestras que se derivan o reaccionan, y que permiten una alteración de químicos de ciertos compuestos orgánicos. Este equipo se utiliza para estimular la detección o incrementar añadiendo adjuntando al cromóforo a los compuestos de interés. La sensibilidad de la selectividad de los compuestos que inicialmente no se podían detectar, se altera para hacerlos detectables. Las interferencias en esta técnica, generalmente surgen de las impurezas en los reactivos utilizados en las reacciones. Cuando esta técnica se completa con algún detector selectivo tal como la fluorescencia; estas interferencias se minimizan. Generalmente solo los compuestos de las mismas clases, que los compuestos de interés pueden provocar una interferencia.
- Detector de Fluorescencia. El detector de fluorescencia, es el detector de absorbancia en el cual la muestra se energiza por una fuente de luz monocromática. Los compuestos capaces de absorber la energía de la luz lo hacen y la liberan como una emisión fluorescente. Los filtros permiten que el detector responda solamente a la energía fluorescente. El detector de fluorescencia es el más sensible en la corriente de los detectores de HPCL, que están disponibles y a menudo se usan junto con un reactor de post-columna.

Debido a la sensibilidad de los instrumentos, cantidades diminutas de contaminantes pueden provocar interferencias a los detectores de fluorescencia. Los contaminantes se presentan a partir de artículos de vidrio, solventes de fase móvil o reactivos post-columnares. Estas fuentes aumentarán la señal de fondo y disminuirán el rango del detector. La interferencia de los compuestos individuales es mínima a la especificidad del detector; Por ejemplo todas las interferencias de fluorescencia.

CONCLUSIONES

1. Los métodos presentados intentan representar la determinación de los compuestos orgánicos individuales.
2. La mayoría de los métodos presentados de aquí en adelante son altamente sofisticados y son métodos instrumentales para determinar concentraciones muy bajas de los constituyentes orgánicos.
3. Los estrictos controles de calidad se dan con cada método y requieren de especial atención.
4. Muchos compuestos se determinan con dos o más de los métodos presentados en el apartado 6000.

5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. .Madeiros, 1998. La verdad sobre el flúor. <http://www.laycos.com/>
2. .Higashida Bertha, Odontología Preventiva, primera edición
Ed. McGraw-Hill Internamericana. México D.F 2000.
3. .Lenntech. Agua residual & purificación del aire. Holding 1998-2005.
4. . Gaceta AMISAC, junio-julio, 2001 Año 1, no. 1, www.amisac.org.mx.
5. Florez J. Aspectos Epidemiológicos de los Fluoruros. Edit. U de Antioquia.
Colombia. 1988.
6. .www.gobcan.es/sanidad/scs/3leologia/prefes/fluor/diagonal.
7. . STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND
WASTEWATER.18thEdition 1992. AMERICAN PUBLIC HEALTH
ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION, WATER
ENVIRONMENT FEDERATION.
8. Chair N, Perry L, Gene F. Chemistry for Environmental Engineering.
Fourth Edition. McGraw-Hill, Inc.