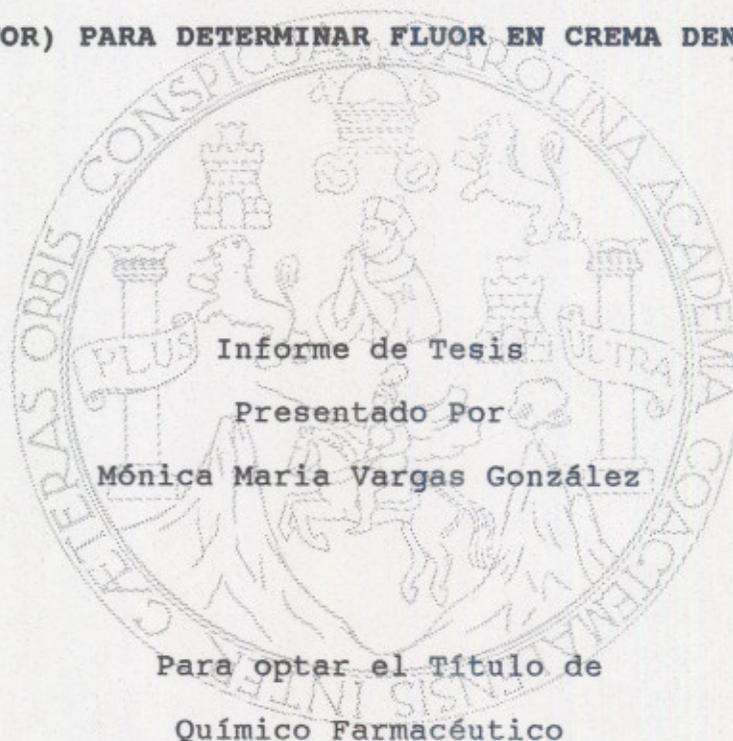


UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA

ESTUDIO COMPARATIVO DE DOS METODOS (METODO POR  
CROMATOGRAFIA DE GAS Y METODO POR ELECTRODO SELECTIVO DE  
FLUOR) PARA DETERMINAR FLUOR EN CREMA DENTAL



Informe de Tesis  
Presentado Por  
Mónica María Vargas González

Para optar el Título de  
Químico Farmacéutico

Guatemala, Abril 1994

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
Biblioteca Central

DL  
06  
†(668)QF

JUNTA DIRECTIVA DE LA  
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA

DECANA	LICDA. CLEMENCIA DEL PILAR GALVEZ DE AVILA
SECRETARIO	LIC. JOSE FRANCISCO MONTERROSO SALINAS
VOCAL I	LIC. MIGUEL ANGEL HERRERA GALVEZ
VOCAL II	LIC. GERARDO LEONEL ARROYO CATALAN
VOCAL III	LIC. MIGUEL ORLANDO GARZA SAGASTUME
VOCAL IV	BR. JORGE LUIS GALINDO AREVALO
VOCAL V	BR. EDGAR ANTONIO GARCIA DEL POZO

DEDICATORIA

A DIOS NUESTRO SEÑOR

A LA MEMORIA DE MI PADRE MIGUEL ANGEL VARGAS MONTERROSO

A MI MADRE AURA LETICIA GONZALEZ LOBOS DE VARGAS

A MIS HERMANOS JOAQUIN GERARDO Y REGINA MARIA  
VARGAS GONZALEZ

## AGRADECIMIENTOS

A LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA

A LA FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA

AL PERSONAL DE LA UNIDAD DE ANALISIS INSTRUMENTAL DE LA  
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA

AL PERSONAL DEL DEPARTAMENTO TECNICO DE COLGATE PALMOLIVE

## INDICE

	Página
1.- Resumen.....	1
2.- Introducción.....	2
3.- Antecedentes.....	3
4.- Justificación.....	16
5.- Objetivos.....	17
6.- Hipótesis.....	18
7.- Materiales y Métodos.....	19
8.- Resultados.....	31
9.- Discusión.....	36
10.-Conclusiones.....	38
11.-Recomendaciones.....	39
12.-Referencias.....	40
13.-Anexos.....	43

## 1. RESUMEN

Diversos estudios han demostrado que la incorporación de agentes fluorizantes en las cremas dentales producen una significativa reducción de la caries. La presente investigación se efectuó con el propósito de comparar dos métodos de análisis para determinar flúor en cremas dentales, método por cromatografía de gas, propuesto por la Comisión Guatemalteca de Normas y el método por Electrodo Selectivo de flúor, utilizado por una compañía que manufactura estos productos.

Se elaboraron ocho lotes de crema dental de concentración distinta ( 800, 900, 1000, 1100, 1200, 1300, 1400 y 1500 ppm) y se analizaron por los dos métodos.

En el estudio estadístico para evaluar la comparación de ambos métodos de análisis se utilizó una correlación intraclases, encontrándose que los métodos no son comparables debido a la variabilidad en las mediciones que presentan ambos métodos.

De acuerdo a los resultados obtenidos y al análisis estadístico sobre precisión, expresado como coeficiente de variación, se encontró que el método por electrodo selectivo de flúor posee una mejor precisión que el método por cromatografía de gas. Los valores de exactitud en ambos métodos se encuentran en rangos aceptables lo que indica que ambas técnicas son exactas.

El método por cromatografía de gas lleva un 22.39% más de tiempo en llevarlo a cabo y el costo por análisis es similar comparado con el electrodo selectivo de flúor, sin embargo el costo en la inversión inicial es mayor en el método por cromatografía de gas que en el método por electrodo selectivo de flúor.

## 2. INTRODUCCION

Diversos estudios realizados demuestran que la incorporación de fluoruros en las cremas dentales es una medida eficaz para la prevención de la caries dental, enfermedad común en todas las poblaciones del mundo. Los agentes fluorizantes comunmente usados en las cremas dentales son el fluoruro estañoso, fluoruro de sodio y monofluorofosfato de sodio, de los cuales el ión fluoruro disponible al solubilizarse interacciona dinámicamente con el esmalte, influye en el proceso de remineralización y si se encuentran con un vehículo compatible y un balance en su formulación entregará todo su fluoruro libre en la cavidad oral y producirá una reducción significativa de la caries dental.

Para poder asegurar que una crema dental contiene los niveles óptimos del ión fluoruro es necesario contar con un método confiable y que además sea reproducible, de bajo costo y que el tiempo en llevarlo a cabo sea corto. Actualmente en Guatemala no existe un método oficial para determinar el flúor en las cremas dentales. El presente trabajo de investigación se realizó con el objeto de comparar dos métodos para cuantificar el flúor en las cremas dentales, el método por cromatografía de gas, propuesto por la Comisión Guatemalteca de Normas y el método por electrodo selectivo de flúor, utilizado por una compañía que manufactura éstos productos.

### 3. ANTECEDENTES

La caries dental es una enfermedad de los tejidos calcificados de los dientes, que se caracteriza por la desmineralización de la porción inorgánica y la destrucción de la sustancia orgánica del diente. Es la enfermedad crónica del diente que más afecta a la raza humana. (1)

El esmalte de los dientes está constituido por una cubierta protectora, de espesor variable, sobre toda la superficie de la corona dental. La función específica del esmalte es formar una cubierta resistente para los dientes, haciéndolos adecuados para la masticación. Una de las propiedades físicas del esmalte es su capacidad de intercambio iónico. Se ha descubierto que el esmalte puede actuar en cierta forma como una membrana semipermeable, permitiendo el intercambio completo o parcial de ciertos iones. (2)

Las fisuras profundas del esmalte predisponen a la caries. Aunque estos huecos profundos situados entre cúspides vecinas, no pueden considerarse como patológicos, proporcionan zonas donde se retienen los agentes productores de la caries, esta penetra el piso de las fisuras muy rápidamente, porque aquí el esmalte es muy delgado. Al llegar a la dentina, el proceso destructor se difunde a lo largo de la unión dentinoesmalítica socavando el esmalte. Así, una zona extensa de dentina se vuelve cariosa sin dar ningún signo de

extensa de dentina se vuelve cariosa sin dar ningún signo de alerta al enfermo debido a que la entrada a la cavidad es pequeña. (2)

Las laminillas del esmalte también pueden ser localizaciones predisponentes para las caries, porque contienen mucho material orgánico. Primordialmente, desde el punto de vista de la protección contra la caries, la estructura y las reacciones de la superficie externa del esmalte están sujetas continuamente a mucha investigación. Las pruebas in vitro han demostrado que la solubilidad ácida del esmalte puede reducirse considerablemente mediante el tratamiento con diversos agentes químicos, particularmente los fluoruros. (3)

Los medios más efectivos para el control de las caries dentales en la población hasta la fecha, ha sido el ajuste del nivel de fluoruros en el agua potable en proporción de una parte por millón. Donde el agua potable contiene fluoruro natural la prevalencia de la caries, tanto en niños como en adultos, es aproximadamente 65% menos que en las regiones sin fluoruro natural, y los estudios a largo plazo han demostrado que se da la misma proporción de protección mediante los programas de fluoración del agua. Se cree que los mecanismos de acción son principalmente la combinación de cambios en la resistencia del esmalte, desencadenada por la incorporación de fluoruro durante la durante la mineralización, y las alteraciones en el medio ambiente de los dientes, en especial, la microbiota bacteriana bucal. (2)

La superficie del esmalte en la región cervical debe conservarse lisa y bien pulida, por cuidado adecuado en el hogar,

superficie del esmalte cervical se descalcifica o se vuelve rugosa por cualquier otro mecanismo, se acumulan restos de comida, placa bacteriana y otros materiales sobre ella. La encía en contacto con la superficie del esmalte rugoso cubierto por detritos sufre cambios inflamatorios. La gingivitis resultante conduce a una enfermedad periodontal más seria, si no es tratada rápidamente.(2)

El flúor es un factor determinante para la prevención de la caries. Con una aplicación prudente de flúor puede haber una efectiva reducción de la caries dental. La fluoración del agua es probablemente la mayor causa de una drástica disminución de la incidencia de caries realizada en las pasadas décadas. El flúor en las cremas dentales es un factor muy importante y las aplicaciones de terapias realizadas por profesionales (tratamientos tópicos de flúor, líquido obturador con flúor, programas de enjuagues bucales con flúor y tabletas fluoradas) han tenido una contribución significativa en la disminución de la caries en las civilizaciones. (4)

La eficacia del flúor está comprobada epidemiológica y clínicamente el cual puede aplicarse en varias formas: agua fluorada, enjuagues bucales, aplicaciones tópicas realizadas por profesionales, tabletas de flúor y dentríficos. El énfasis de trabajo se hará en cremas dentales.

Hace 30 años las cremas dentales no contenían flúor, hoy el 90% de las mismas contienen flúor proveniente de una o dos fuentes (fluoruro de sodio, monofluorofosfato de sodio) que miles de estudios clínicos reportados y no reportados confirman su eficacia

contra la caries. (4)

Numerosos estudios indican que una crema dental que contiene 1000 ppm de flúor combinado con un vehículo compatible puede proveer una reducción de caries entre 20 - 30 % cuando se usa sin supervisión, en áreas con o sin agua fluorada. (4)

La naturaleza del abrasivo es una de las principales razones de la maximización del efecto del flúor en un dentrífico. (4)

Investigaciones dentales han atribuído al flúor de los dentríficos el mayor rol en la declinación de la prevalencia de caries. Adicionalmente se ha observado un beneficio por la incorporación de flúor a las cremas dentales y es el efecto del cepillo con la crema dental para mantener una buena higiene oral. (4)

Las reacciones de los fluoruros con el mineral esmalte pueden observarse en el Anexo 1, donde se muestran los compuestos que se forman según la concentración de los fluoruros que se ponen en contacto con la hidroxiapatita.

Esto demuestra, que si bien el producto final útil es la fluorhidroxiapatita, existen diferentes caminos para llegar a su formación y que a la mayor o menor complejidad del proceso, depende en gran parte de la cantidad de flúor puesta en contacto con la hidroxiapatita (esmalte); en un determinado lapso de tiempo, como así también de los compuestos que vinculan con el ión fluoruro. (5)

En el cuadro del Anexo 1 puede observarse que en lo referente a la cantidad, las concentraciones más bajas y de acción prolongada

En el cuadro del Anexo 1 puede observarse que en lo referente a la cantidad, las concentraciones más bajas y de acción prolongada forman solamente fluorhidroxiapatita (ecuación 1)

Mientras que en concentraciones mayores (actúan por menos tiempo) este proceso es más complejo, especialmente debido a la formación de fluoruro de calcio, cuya función aún no está completamente esclarecida con relación a la acción anticariogénica (ecuación 2). Si bien Gray y también Francis afirman que tiene una acción protectora, Mac Cann afirma que se pierde por ser soluble en la saliva. (5)

Otra variante puede ser introducida también por el pH y así se emplean soluciones ácidas, éstas disolverán una pequeña porción de esmalte superficial dando lugar a la formación de fosfato dicálcico. Mientras que el calcio liberado durante este proceso precipitará con el flúor, en forma de fluoruro de calcio, el fosfato dicálcico es inestable, en presencia de flúor se convertirá en fluorhidroxiapatita o en una unión de esta sal con fluoruro de calcio, estando esta reacción condicionada por el pH de la solución y el flúor disponible. (5)

Es evidente por lo tanto, que los productos finales de estas reacciones (fluorhidroxiapatita-fluoruro de calcio), pueden ser formados por proporciones diferentes, que dependen de la concentración del fluoruro y del pH de la solución.

El Consejo de Terapéutica Odontológica de la Asociación Dental Americana -ADA- aceptó varias pruebas, que se resumen en los lineamientos para la aceptación de productos (cremas dentales) que indiquen contener flúor:

1. Estudios de caries en animales
  2. Estabilidad y disponibilidad de fluoruros
  3. Biodisponibilidad de fluoruros en esmalte
  4. Habilidad del producto pra remineralizar
  5. Habilidad del producto para disminuir la desmineralización
1. Estudios en animales:

Estos permiten evaluar el potencial terapéutico de un dentrífico en reducir la incidencia de caries. Este modelo, en animales, es una buena imitación simulacro del efecto de las cremas dentales fluoradas en los humanos.

Esto logra incorporar un grado sustancial del efecto colectivo del tratamiento con el producto en llevar fluoruros al esmalte lo que afecta tanto, la desmineralización, la remineralización y la microbiota bacteriana de la placa en la superficie dental.

El diseño del estudio en los animales puede ser flexible, pero siempre científicamente formulado. Además, debe comprobarse con otros estudios preestablecidos. (6)

## 2. Estabilidad y Disponibilidad de Fluoruros:

Los datos químicos que se obtengan de las evaluaciones de estabilidad y disponibilidad de fluoruros deben documentarse y asegurar que el agente activo fluorado está disponible tanto en productos de reciente como antigua fabricación.

Se consideran productos de reciente fabricación aquellos que son analizados durante treinta días despuésde su elaboración como máximo.

Productos de antigua fabricación son aquellos que se someten a evaluación al final de su fecha de expiración, o bien, el análisis

En el reporte que somete la Oficina de Drogas y Alimentos de los Estados Unidos a la Asociación Dental Americana se usa como el mínimo estándar para determinar el nivel del agente activo en cada uno de los productos evaluados clínicamente.

### 3. Biodisponibilidad de Fluoruros en el Esmalte:

Cada uno de los dentríficos debe demostrar una habilidad en transportar e incorporar niveles de fluoruro en el esmalte desmineralizado, equivalente a formulaciones clínicas evaluadas.

La habilidad de fluoruro químicamente disponible para interactuar dinámicamente en el esmalte, es un indicador de la disponibilidad del producto para reaccionar con sustratos del esmalte dentro del contexto de su propia formación química y que incluye factores como pH, viscosidad y forma física del abrasivo.

En general, esmalte desmineralizado se refiere a las lesiones de la superficie producidas en el esmalte como resultado de un tratamiento corto de ácidos de la solución parcialmente saturada con respecto a la hidroxiapatita. (6)

### 4. Habilidad del producto para remineralizar:

Investigaciones recientes demuestran el papel del fluoruro en el proceso de remineralización, así como su relación a la actividad cariogénica.

Los procesos químicos de desmineralización y remineralización son prácticamente imposibles de separar totalmente, pues son el reflejo de direcciones opuestas de la misma reacción química, es decir la disolución y la precipitación de la apatita.

En el caso de remineralización, las condiciones que favorecen el crecimiento potencial de los cristales de apatita se deben

mantener durante todo el proceso, estas son esmalte parcialmente descalcificado, pH casi neutro, soluciones ricas de calcio soluble y presencia de fosfatos. Estas circunstancias se pueden simular en condiciones in vivo e in vitro.

5. Habilidad del producto para disminuir la desmineralización.

El papel del flúor en disminuir el índice de desmineralización del esmalte y de la hidroxiapatita está bien establecido. Las condiciones ideales para monitorear la habilidad de una fórmula evaluada para retardar la disolución del esmalte son aquellos asociados a la acidificación, que es una baja en el calcio y en los fosfatos y/o conteniendo una barrera semipermeable para este fin.

Cada producto debe mostrar las equivalencias a estudios clínicos formulados en cada una de las cinco categorías descritas. Además, puede brindar información adicional como:

- a) Efectos bacteriologicos del producto
- b) Índice de liberación del agente terapéutico, y
- c) Efecto de la formulación sobre el metabolismo de la placa. (6)

Fluoruro de Sodio:

El ingrediente activo anticaries en la mayoría de cremas dentales es el fluoruro de sodio. La prevención de lesiones cavitarias de caries se debe a su habilidad de brindar fluoruro disponible dentro del medio ambiente de la cavidad. El fluoruro se encuentra en forma iónica, y es libre de interactuar con el esmalte dental para reducir la incidencia de lesiones cariosas.(7)

Hay varias hipótesis emitidas por la comunidad científica, que explican la actividad de fluoruro contra la caries. La teoría general aceptada concierne a la habilidad del fluoruro para promover la remineralización del esmalte dental. Después del tratamiento fluorado, se ha demostrado que las sales fluoradas se depositan en forma microscópica en las lesiones cariosas que contribuyen a la formación de cristales y remineralización del esmalte en forma acelerada.

La mayoría de investigadores científicos contemporáneos creen que la remineralización microscópica de las lesiones que provoca la caries son el mecanismo primario del fluoruro en la prevención de la caries, debido a ésto se disminuye el proceso de debilitamiento y hace que las lesiones sean más resistentes a futuros ataques.

(7)

Una segunda teoría de la actividad del fluoruro se centra sobre su habilidad en alterar directamente el esmalte dental. Los iones de flúor libres reaccionan con la hidroxiapatita para formar fluoro de calcio y fluorapatita. La fluorapatita y el fluoruro de calcio son menos soluble en los ácidos orgánicos producidos por bacterias si se compara con la hidroxiapatita, y menos vulnerables a la erosión y debilidad del esmalte.

Un tercer concepto de la actividad del fluoruro se centraliza sobre los efectos inhibitorios del ión flúor en la producción del ácido por la bacteria. El fluoruro puede inhibir el ciclo glicolítico del metabolismo bacteriano, esto reduce la cantidad del ácido producido.

Actualmente existe información disponible que sugiere que todos estos mecanismos están ocurriendo. El papel específico que juega cada mecanismo no ha sido establecido. El papel importante inicial en todos los casos, sin embargo, es que el fluoruro puede estar disponible dentro del medio ambiente oral. La suposición que esperaba una gran reducción de caries en altos niveles por el fluoruro libre en los dentríficos terapéuticos fue reconfirmada en los estudios clínicos de Reed, (8) este investigador encontró que la buena actuación en la reducción de la caries con fluoruro de sodio fué una función de los niveles de fluoruros disponibles. Los niveles de flúor al momento de fabricar el producto son de 1000 y 1500 ppm de fluoruro disponible que pueden reaccionar con el esmalte dental sin embargo, este valor no es constante. La comparación de varios niveles de fluoruro disponible en la cavidad oral con incidencia de formación de caries ayudaron a formar las bases de las investigaciones de Reed. Este investigador demostró que un producto conteniendo un nivel de fluoruro disponible de 40 ppm no redujo significativamente la caries. Un segundo producto con un nivel de 100 ppm de fluoruro disponible resultó con un efecto direccional mientras que un dentrífico con 200 ppm resultó con una reducción estadísticamente significativa en la reducción de caries .

En la publicación de Reed (8), la reducción de caries versus el incremento de los niveles de flúor, tuvo una correlación positiva lo cual indica que el incremento en la disponibilidad del fluoruro deberá conducir a mejorar la eficacia anticaries.

Los principios de las investigaciones de Reed han sido

suplementadas en experimentos de caries con animales, los cuales evaluaron dentríficos que representaban niveles de fluoruro de 30-100 ppm.

Los resultados de estos estudios también indicaron que los altos niveles de fluoruro disponible daban un aumento en la eficacia del efecto anticaries.

La cremas dentales que contienen 1100 ppm de NaF total biodisponible proporcionan un nivel alto de fluoruro disponible, clínicamente comprobado y capaces de promover la remineralización dentro de la incipiente lesión de caries. (7)

#### Monofluorofosfato de Sodio:

En 1950, el monofluorofosfato de sodio (MFP) fue reportado que poseía actividad anticariogénica y ser de baja toxicidad. Estas características más la relativa alta solubilidad de la sal cálcica brindaron al mundo la adopción del MFP como activo dentrífico. (7)

El monofluorofosfato es diferente de los otros agentes tópicos en que el flúor está ligado covalentemente más que en forma iónica, Sin embargo, cuando es introducido en la boca libera fluoruro por hidrólisis y el fluoruro liberado tiende a formar fluoroapatita. (9)

El mecanismo caristático del MFP parece ser el mismo que el del fluoruro. No se forma fluoruro de calcio cuando el esmalte es expuesto a este agente. El MFP es el único entre los agentes tópicos en el sentido que la fluorapatita parece ser el único producto de reacción. Los dentríficos que contienen MFP son tan eficaces contra la caries como los que tienen fluoruro de sodio y

fluoruro estañoso. (9)

Indudablemente la característica importante de esta sal, la cual tiene interés inicial en las aplicaciones médico-dentales, es la baja toxicidad. El reporte de Shourine en 1950 (10) manifestó que los niveles del contenido de flúor en esta sal era solo aproximadamente un tercio de tóxica comparada con el fluoruro de sodio.

Diversos documentos científicos comprueban la eficacia de la crema dental conteniendo una mezcla de fluoruros, reduciendo la caries dental y produciendo beneficios en la remineralización cuando se usa regularmente.

El estudio que llevó a cabo Hodoy y colaboradores durante tres años en jóvenes de 14 a 15 años evaluó dentríficos que contienen una mezcla de flúor (0.76% de MFP y 0.10% de NaF), con un sistema de alúmina y fosfato dicálcico como abrasivos; realizó un control positivo que contenía 0.76% de MFP con un sistema de alúmina como abrasivo y un control negativo con un sistema de alúmina como abrasivo. Los resultados indicaron que el dentrífico con nivel de 0.10% de NaF y 0.76% de MFP es más efectivo para controlar la incidencia de la caries dental que el que contiene solamente 0.76% de MFP. (11)

Un grupo de la Asociación de Propietarios de Dentríficos con flúor emitieron un folleto que contiene estandares de los análisis del contenido de flúor, métodos analíticos y biológicos para las cremas dentales y la United States Food and Drug Administration propuso reglas para dichos productos. Las reglas finales no han sido establecidas pero incluirán los test con los

cuales se puede llevar a cabo el análisis de fluór en dentríficos que contengan MFP , Fluoruro estañoso o Floruro de Sodio. La Asociación de Propietarios lista los métodos de análisis como: fluór total, fluór soluble total como fluór disponible, fluór iónico como  $F^-$  y fluór soluble como  $PO_3F$ . (12)

En Australia se investigo en cuanto a la cuantificación del fluór en cremas dentales, comparándose los métodos colorimétrico, electrodo de fluór y cromatografía de gas. El método por electrodo de fluór y el método colorimétrico proporcionaron buenos resultados cuando se usó el Tisab como buffer y el método por cromatografía de gas proporcionó algunos resultados anómalos en algunas cremas dentales. (12)

#### 4. JUSTIFICACIONES

Una de las medidas preventivas de mayor eficacia para la disminución de la caries dental, es la incorporación de fluoruros a las cremas dentales, las que presentan sus acciones terapéuticas a determinadas dosis, y es por ello que se hace necesario establecer un método eficaz, reproducible y de bajo costo a nivel nacional que permita determinar la concentración de flúor en dichos productos y facilitar el control de calidad de éstos.

En la actualidad existe la PROPUESTA COGUANOR NGO 30 020 h3:92, la cual establece el método para la determinación del flúor por Cromatografía de gases. Esta investigación se realizó para comparar el método de esta propuesta con el método por electrodo selectivo de flúor y para generar información válida y confiable que permita disponer de métodos alternativos de análisis con iguales o mejores características que el otro, en cuanto a reproducibilidad, sensibilidad y costos.

## 5. OBJETIVOS

### 4.1 OBJETIVO GENERAL

Contribuir con el estudio de métodos de análisis para la cuantificación del flúor en cremas dentales.

### 4.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

4.2.1 Cuantificar flúor soluble total en cremas dentales

4.2.2. Determinar las diferencia en cuanto a efectividad, reproducibilidad, costo y tiempo entre el método de cromatografía de gas y el método por electrodo selectivo de flúor para cuantificar flúor soluble total en cremas dentales.

## 6. HIPOTESIS

El método de electrodo selectivo de flúor es igual o más sensible y reproducible que el método por cromatografía de gas para determinar flúor en cremas dentales.

## 7. MATERIALES Y METODOS

### 6.1 Universo de Trabajo:

Método para determinar el contenido de flúor por cromatografía de gas. Propuesta COGUANOR NGO 30 020 h3:92.

Método para determinar el contenido de flúor por electrodo selectivo de flúor. Colgate - Palmolive Co. Standar Practice Instructions Lab. SPI No. 7715 Parte I

### 6.2 Medios:

#### 6.2.1 Recursos Humanos:

Autora del trabajo de tesis: Mónica Maria Vargas G

Asesor: Lic. Luis Fernando Girón.

Colaboradores: Lic. Gerardo Pirrir

Personal del Departamento Técnico de Colgate - Palmolive.

#### 6.2.2 Recursos Materiales:

##### \* Instalaciones:

Unidad de Análisis Instrumental de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia Universidad de San Carlos de Guatemala.

Departamento Técnico de Colgate - Palmolive

##### \* Materiales y Equipo:

Lotes de crema dental elaboradas bajo procedimientos, formulación y concentraciones conocidas.

Balanza analítica

Cromatógrafo de gas con detector de ionización de llama.

Columna de vidrio para el cromatógrafo constituida por un tubo de vidrio pyrex de 1.5 m de largo y un diámetro exterior nominal de 6 mm.

Baño María

Baño de agua con hielo

Pipetas graduadas de 5 ml

Pipetas volumétricas 2, 5, 10 ml

Probetas de 25 ml

Bureta de 10 ml

Tubos para centrifugadora de 50 y 100 ml

Microjeringa de 1.0 ul

Electrodo selectivo de flúor

Electrodo de referencia con doble unión

Potenciómetro

Agitadores magnéticos

Magnetos

Beackers plásticos de 40 ml

Balones aforados de plástico de 100 ml

Frascos de plástico de 50 ml

\* Reactivos:

Acido Clorhídrico concentrado

Acido Clorhidrico 20%:

Diluir 54 ml de HCl concentrado en 100 ml de agua deionizada.

Triclorometilsilano

Solución n-pentano en benceno:

Se diluyen 1.6 g de n-pentano en benceno y se lleva a un volumen de un litro con benceno.

Solución patrón de flúor:

Se prepara una solución acuosa de fluoruro sódico que contenga 1.0 mg de ión flúor por ml de solución.

Silicona metálica

Diatomita calcinada con fundente

TISAB buffer:

Se prepara de la siguiente manera: 60 g de acetato de amonio, 8 g de sal disódica del ácido etilendinitrilotetraacético, 200 g de nitrato de sodio y se afora a 2 litros con agua deionizada. Para obtener el TISAB buffer ajustado se agrega NaOH al 50% para llevarlo a un pH de 7.

Acido perclórico 70% en peso.

### 6.3 Procedimientos:

6.3.1 Revisión bibliográfica.

6.3.2 Elaboración de lotes de crema dental con las siguientes concentraciones de flúor: 800, 900, 1000, 1100, 1200, 1300, 1400 y 1500 ppm

6.3.3 Evaluación de los lotes de crema dental con los siguientes métodos:

6.3.3.1 Método por Cromatografía de Gas:

Condiciones de Análisis:

El cromatógrafo de gas deberá tener un detector de ionización de llama, apropiado para instalarle una columna de vidrio y con un sistema de inyección directamente en la columna. Las condiciones de operación deberán ser las siguientes:

a) Temperaturas: en el detector, 100°C; en el lugar de inyección, 80°C y en el horno, 50°C

b) Velocidad del flujo del gas portador (nitrógeno), 20 ml/min

Preparación de la columna: La columna se empaqueta con 10% de sílica metálica sobre diatomita calcinada; (Nota: la sílica metálica debe estar 100% pura, el tamaño de la partícula de la diatomita calcinada debe ser entre 180  $\mu$ m y 150  $\mu$ m lavada con ácido clorhídrico o sulfúrico)

Determinación del factor respuesta del

cromatógrafo. Se procede de la forma siguiente:

Con una pipeta se transfieren 5 ml de la solución patrón de fluor a un frasco de plástico de 50 ml; con una probeta se agregan a la solución 2 ml de ácido clorhídrico, se tapa bien el frasco en forma segura y se mezcla su contenido.

Con una bureta se agregan al frasco de plástico 2 ml de triclorometilsilano, nuevamente se tapa bien el frasco en forma segura, se mezcla bien su contenido y luego se deja en reposo durante 15 min para que se enfríe.

Con la pipeta de 10 ml provista del dispositivo de seguridad se agregan a la solución fría 10 ml de la solución de n-pentano en benceno, se tapa el frasco y se mezcla vigorosamente su contenido durante 2 min.

Se transfiere el contenido del frasco de plástico a un tubo para centrifugadora de 50 ml, se tapa y se centrifuga durante 5 min a 262 rad/s (2500 rpm) Se inyecta 1.0 ul de la capa superior del tubo en la columna del cromatógrafo y se deja desarrollar el cromatograma; se trazan líneas de base tangentes a los picos de interés y se miden las alturas de los picos del trimetilfluorosilano formado (hf) y del n-pentano (hp). Nota: Alternativamente se deben determinar las áreas de los picos correspondientes.

Se calcula el factor de respuesta (k) aplicando la siguiente fórmula:

$$k = 3.2 \times hf / hp$$

Para determinar el contenido de flúor en la muestra de crema dental se procede de la forma siguiente:

En un tubo para centrifugadora de 100 ml se pesan con precisión aproximadamente 3.5 g de la muestra crema dental, se agregan 10 ml de agua y 4 a 6

perlas pequeñas de vidrio, se tapa el tubo y se agita vigorosamente hasta que se disperse la crema dental sin que haya partículas adheridas a las paredes del tubo.

Se centrifuga la muestra durante 10 min a 210 rad/s (2000 rpm) y se decanta la capa acuosa superior hacia un frasco de plástico de 50 ml; se vuelve a dispersar la muestra en 5 ml de agua, se centrifuga y se decanta la capa acuosa hacia el mismo frasco de plástico.

Cuidadosamente se agregan 5 ml de ácido clorhídrico al residuo contenido en el tubo para centrifugadora, se espera que ya no haya desprendimiento de gas, se tapa el tubo y se agita vigorosamente para dispersar el residuo; se centrifuga y se decanta la solución hacia el frasco de plástico que contiene la solución acuosa. Con 3 ml adicionales de ácido clorhídrico se lava el tubo y se dispersa cualquier residuo en el mismo, se vuelve a centrifugar y decantar hacia el frasco de plástico.

Se lava el tubo y cualquier residuo del mismo con 5 ml de agua, se centrifuga y se decanta hacia el frasco de plástico; se repite este procedimiento con 5 ml adicionales de agua, se centrifuga si es necesario y se decanta el agua de lavado hacia el frasco de plástico.

Se tapa el frasco de plástico y se mezcla perfectamente su contenido; se coloca el frasco en el baño de María durante 1 min y a continuación se enfría hasta la temperatura ambiente en el baño de agua fría.

Con una bureta se agregan al frasco de plástico 2 ml del triclorometilsilano; se tapa el frasco, se agita bien y se deja en reposo durante 15 min. A continuación y con una pipeta con dispositivo de seguridad se transfieren al frasco de plástico 10 ml de la solución de n-pentano en benceno; se tapa el frasco y se mezcla su contenido vigorosamente durante no menos de 2 min. Se transfiere el contenido del frasco de plástico a un tubo para centrifugadora de 100 ml, se tapa y se centrifuga durante 10 min a 262 rad/s (2500 rpm). Nota: Algunas cremas dentales forman emulsiones que requieren por lo menos una decantación y una segunda operación de centrifugación con el objeto de separar la capa orgánica)

Se inyecta 1  $\mu$ l de la fase orgánica en la columna del cromatógrafo y se deja desarrollar el cromatograma; se trazan líneas de base tangentes a los picos de interés y se miden las alturas de los picos del trimetilfluorosilano formado (h'f) y del n-pentano (h'p). Alternativamente se deben determinar las áreas de los picos correspondientes.

Se calcula el contenido de fluoruro en la muestra empleando la formula siguiente:

$$C = 1.6 \times h'f / m \times h'p \times k$$

En la que:

C = Contenido de fluoruro, expresado en gramos del ión fluoruro por 100 g de muestra.

h'f = Altura del pico de trimetilfluorosilano en milímetros

h'p = Altura del pico de n-pentano en milímetros

k = Factor de respuesta del cromatografo

m = Masa de la muestra empleada en la determinación en gramos.

#### 6.3.3.2 Método por Electrodo Selectivo de Flúor:

Solución stock de fluoruro de sodio.

A. Disolver 2.208 g de NaF en agua destilada y diluir a un litro. Transferir a un frasco de plástico. Esta solución es equivalente a 1 mg F<sup>-</sup>/ml y es estable por tres meses.

B. Medir una alícuota de 25 ml de la solución stock A y transferirla un matraz de 500 ml. Diluir a volumen con agua destilada. Almacenar en un frasco de plástico. Esta solución equivale a 50 ug F<sup>-</sup>/ml y es estable por una semana.

Solución estandar de flúor:

Colocar 50 ml de agua en un matraz de 100 ml.

Agregar 10 ml de ácido perclórico 70% en peso y diluir a volumen con agua.

En otro matraz de 100 ml de plástico agregar:

20 ml de agua, 2 ml de ácido clorhídrico al 20%  
2 ml de buffer ajustado, 0.25 ml de la solución stock de NaF con bureta, 20 ml de buffer no ajustado, 2 ml de ácido perclórico del paso anterior, diluir a volumen con agua destilada.

Repita usando alicuotas de 0.5, 3, 4, y 5 ml de la solución stock de NaF. Estos estandares son equivalentes a:

0.25 ml = 12.5 ug F/100 ml

0.5 ml = 25 ug F/100 ml

3.0 ml = 150 ug F/100 ml

4.0 ml = 200 ug F/100 ml

5.0 ml = 250 ug F/100 ml

**Procedimiento:**

Pesar 1g de la muestra en un beacker. Agregar 10 ml de agua y mezclar con una varilla hasta dispersar la muestra. Cuantitativamente transferir la crema dental a un matraz de 100 ml.

Lavar la varilla con agua dentro del matraz.

Agregar 10 ml de ácido perclórico concentrado.

Diluir con agua hasta la marca de aforo y mezclar

con un magneto.

Centrifugar una porción de la mezcla anterior y transferir una alícuota de 2 ml en un frasco de plástico de 60 ml. Agregar 2 ml de HCl 20% al frasco.

Agregar 2 ml del buffer ajustado con mucho cuidado para no mezclar las dos soluciones.

Poner el frasco de plástico en un baño María a 70°C durante 45 minutos.

Retirar el frasco y enfriar a temperatura ambiente, mezclar completamente las dos soluciones.

Cuantitativamente transferir la solución a un matraz de 100 ml que contenga 20 ml de buffer no ajustado. Diluir a volumen con agua destilada. Colocar 20 ml de la solución anterior en un becker de plástico.

Colocar el electrodo dentro de la solución y medir los milivoltios. Esperar 5 minutos o hasta que la lectura se estabilize.

Lavar el electrodo con agua destilada y secarlo con papel absorbente.

Transferir aproximadamente 20 ml de cada uno de los estándares preparados en su respectivo beacker de plástico y realizar las lecturas en milivoltios con el electrodo selectivo de flúor.

Curva de calibración y cálculos:

Plotear el log de la concentración estandar de flúor (ug F/100 ml) contra las lecturas en milivoltios. Extrapolar el log de la concentración de la muestra de la curva de calibración y calcular el anti log de la determinación de ug F/100ml de cada muestra. Calcular las ppm de ion fluoruro de la siguiente forma:

$$\frac{\text{ug F/100 ml}}{\text{g muestra/100 X 2/100}} = \frac{\text{ug F}}{\text{g muestra X 0.02}} = \text{ppm ión F}$$

#### 6.4 Diseño de investigación:

##### 6.4.1 Diseño de muestreo:

Se analizaron 8 lotes de crema dental elaborados en una compañía de fabricación de cremas dentales, las concentraciones de cada uno de los lotes fueron las siguientes: **lote 1** 800 ppm, **lote 2** 900 ppm, **lote 3** 1000 ppm, **lote 4** 1100 ppm, **lote 5** 1200 ppm, **lote 6** 1300 ppm, **lote 7** 1400 ppm, **lote 8** 1500 ppm. Se tomaron diez muestras de cada lote para analizarlas por el método de cromatografía de gas y el método de electrodo selectivo de flúor.

##### 6.4.2. Análisis de datos:

El manejo de datos se llevó a cabo en dos fases, para determinar la precisión y exactitud de los métodos se calculó media, desviación estandar y

coeficiente de variación y en la segunda fase se aplicó la correlación intraclases para datos no pareados para establecer si existía diferencia entre ambos métodos.

## 8. RESULTADOS

En el cuadro No.1 se presentan los resultados en ppm (partes por millón) de flúor en cada uno de los lotes de crema dental determinados por el método de cromatografía de gas y por el método de electrodo selectivo de flúor. La precisión y exactitud de los métodos se presenta en los cuadros 2 y 3.

En el cuadro No. 4 se presentan las diferencias de costo y tiempo entre ambos métodos.

## Cuadro No. 1

### TABLA DE RESULTADOS

**Valores de flúor encontrados para cada uno de los métodos (en ppm).**

Valor teórico: 800 ppm		Valor teórico: 900 ppm		Valor teórico: 1000 ppm		Valor teórico: 1100 ppm	
Cromatografía de Gas	Electrodo de Flúor						
747	843	989	915	1094	1013	869	1121
796	868	967	942	968	1021	1203	1099
753	738	817	960	999	1207	1192	1182
787	767	349	875	838	1015	1013	1155
809	771	709	887	911	936	974	1085
755	787	977	938	1072	945	871	1098
799	842	952	874	957	958	1090	1104
731	814	800	873	1016	977	1138	1106
786	810	738	876	850	1010	940	1114
740	788	713	854	807	1005	896	1126

Valor teórico: 1200 ppm		Valor teórico: 1300 ppm		Valor teórico: 1400 ppm		Valor teórico: 1500 ppm	
Cromatografía de Gas	Electrodo de Flúor						
1256	1216	1152	1370	1442	1501	1376	1500
1200	1225	1139	1248	1341	1400	1483	1510
1243	1132	1415	1302	1351	1397	1446	1502
1111	1181	1241	1281	1291	1372	1337	1370
1243	1085	1144	1290	1479	1410	1603	1499
1259	1164	1166	1245	1432	1420	1362	1447
1180	1221	1183	1348	1382	1418	1554	1472
1253	1223	1083	1340	1171	1393	1441	1497
1112	1211	1238	1126	1403	1412	1320	1492
1255	1210	1120	1283	1469	1239	1566	1475

CUADRO No.2

## E X A C T I T U D

CONCENTRACION EN ppm	METODOS DE ANALISIS	
	CROMATOGRAFIA DE GAS	ELECRDO SELECTIVO DE FLUOR
800	96.35 %	100.55 %
900	93.53 %	100.62 %
1000	96.18 %	100.91 %
1100	92.40 %	101.79 %
1200	100.97 %	98.77 %
1300	91.42 %	98.74 %
1400	98.34 %	99.74 %
1500	96.63 %	98.00 %

CUADRO NO.3

COEFICIENTE DE VARIACION  
COMO MEDIDA DE PRECISION

CONCENTRACION EN ppm	METODOS DE ANALISIS	
	CROMATOGRAFIA DE GAS	ELECTRODO SELECTIVO DE FLUOR
800	3.64 %	4.96 %
900	13.94 %	4.02 %
1000	9.00 %	7.60 %
1100	12.92 %	2.62 %
1200	4.84 %	4.00 %
1300	7.88 %	5.39 %
1400	6.79 %	4.63 %
1500	6.96 %	2.94 %

CUADRO No.4

COSTO DE REACTIVOS POR ANALISIS

METODO POR  
CROMATOGRAFIA DE GAS

METODO POR ELECTRODO  
SELECTIVO DE FLUOR

Floruro de sodio	Q.0.03	Floruro de sodio	Q.0.03
Acido clorhídrico	Q.0.80	Acido perclórico	Q.7.60
Trimetilclorosilano	Q.6.18	Tisab (buffer)	Q.1.14
n-pentano en benceno	Q.1.61	Acido clorhídrico 20%	Q.0.06
TOTAL	Q.8.62	TOTAL	Q.8.83

DIFERENCIA: Q.0.21

2.4 %

TIEMPO REQUERIDO POR ANALISIS

METODO POR  
CROMATOGRAFIA DE GAS

METODO POR ELECTRODO  
SELECTIVO DE FLUOR

134 minutos

104 minutos

DIFERENCIA: 30 minutos

22.39 %

## 9. DISCUSION

De acuerdo a los valores obtenidos en la cuantificación de flúor en lotes de crema dental la precisión expresada como coeficiente de variación es mejor en el método por electrodo de flúor que en el método por cromatografía de gas.

La exactitud en ambos métodos se encuentra en rangos aceptables lo cual indica que ambas técnicas son exactas.

Durante la realización de ambos métodos, se efectuó una estimación del tiempo que se requiere por análisis; según los resultados obtenidos se determinó que el método por cromatografía de gas utiliza un 23.39% más en tiempo, comparado con el método por electrodo selectivo de flúor; esto es debido a que la técnica del método por cromatografía de gas requiere de un mayor número de etapas.

En cuanto al costo por análisis calculado para ambos métodos, este es muy similar, sin embargo si se toma en cuenta la inversión inicial del equipo, el cromatografo de gas es de un costo más elevado en comparación con un electrodo selectivo de flúor.

Para determinar si existía diferencia entre ambas técnicas se calculó la correlación intraclase para datos no pareados con estimaciones a partir de las varianzas en un análisis entre y dentro de clases, (14) por medio de la cual se mide el parecido fraternal entre dos grupos de datos. (Anexo 3).

La formula utilizada fué la siguiente:

$$r_I = \frac{CM \text{ (entre clases)} - CM \text{ (dentro de clases)}}{CM \text{ (entre clases)} + (n-1) CM \text{ (dentro de clases)}}$$

Los datos obtenidos de la correlación intraclase no muestran datos dentro del rango permisible. Esto significa que no se puede asegurar que exista o no diferencia entre ambos métodos. Por lo tanto los métodos no son comparables. Esto se debe a que las diferencias entre las mediciones para una misma concentración en ambos métodos son variables y esconden las diferencias que puedan existir entre el método por cromatografía de gas y el método por electrodo selectivo de flúor.

Los resultados por el método de cromatografía de gas presentan variabilidad debido a que se utiliza como estandar interno el n-pentano el cual es muy volátil y cambia su concentración. En el método por electrodo selectivo de flúor las mediciones en milivoltios son muy susceptibles a cambios como la temperatura y buffer regulador.

## 10. CONCLUSIONES

- 1) El método por cromatografía de gas para determinar flúor en crema dental utiliza 30 minutos más de tiempo en llevarlo a cabo que el método por electrodo selectivo de flúor.
- 3) El método por electrodo selectivo de flúor es más preciso que el método por cromatografía de gas.
- 2) El método por cromatografía de gas y el método por electrodo selectivo de flúor son exactos.
- 3) Los métodos para determinar flúor en crema dental ( método por cromatografía de gas y método por electrodo selectivo de flúor) no son comparables debido a la variabilidad que existe entre las determinaciones en ambos métodos.

## 11. RECOMENDACIONES

- 1) Continuar con estudios de investigación de métodos para determinar flúor en las cremas dentales que proporcionen información válida y aplicable en nuestro medio.
- 2) Realizar estudios de la concentración de flúor por el método de cromatografía de gas y método por electrodo selectivo de flúor con cremas dentales de formulaciones distintas.
- 3) Evaluar la concentración de flúor de las cremas dentales que se distribuyen en el mercado guatemalteco.
- 4) Tomando en cuenta las conclusiones de éste estudio de investigación se recomienda utilizar el método por electrodo selectivo de flúor.

## 12. REFERENCIAS

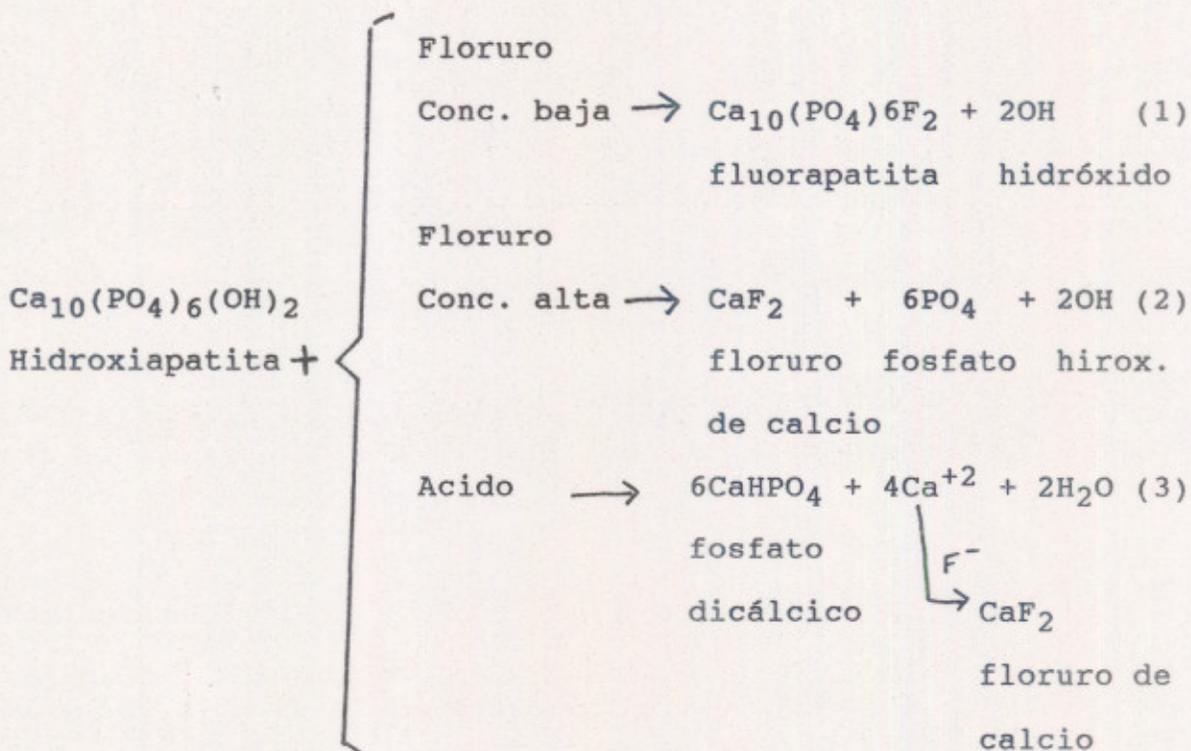
1. Shafer W., Levy B. Tratado de Patología Bucal. 4a. ed  
Mexico: Nueva Editorial Interamericana, 1986. 440p.
2. Sicher H. Histología y Embriología Bucales de Orban.  
Velasquez T., trad. Mexico: La Prensa Médica Mexicana,  
1969. 500 p. (p.39-68)
3. Mejicanos H. Cuantificación del contenido de fluoruros libres  
en los compuestos que se encuentran en el mercado de Guatemala  
y que anuncian prevenir la caries dental. Guatemala:  
Universidad de San Carlos de Guatemala, (Tesis de graduación,  
Facultad de Odontología) 1986. 127 p.
4. Pader M. Oral Hygiene Products and practice. U.S.A: Marcel  
Dekker Inc., 1988. 543 p. (p.383-416)
5. Bernier J., Muhler J. Medidas Preventivas para mejorar la  
Práctica Dental. Buenos Aires, Argentina: Editorial Mundi,  
1977. 553p. (p.107-108, 135-155)
6. American Dental Association. Accepted Dental Therapeutics.  
40th ed. U.S.A. 1982. (p.421-427)

7. Meneses M. Cuantificación del ión flúor en pastas dentales que se encuentran comercialmente a la venta en el mercado guatemalteco. Guatemala: Universidad de San Carlos de Guatemala, (Tesis de graduación, Facultad de Odontología) 1991. 94p.
8. Reed, M. Clinical evaluation of three concentrations of sodium fluoride in dentrifices. JADA 1973; 87:1401-1403.
9. Simon K. Odontología Preventiva en Acción. Argentina: Editorial Médica Panamericana, 1975. 451p. (p.204,212,246)
10. Shore K. et. al. preliminares Studies of the Caries Inhibition Potencial and Acute Toxicity of Sodium Monofluorophosphate. J. Dent res. 1950; 29:529-533.
11. Hodge H. et. al. Caries prevention by Dentrifices Containing a Combination of Sodium Monofluorurophosphate and Sodium Fluoride. Brit. Dent. J. 1980; 149:201
12. Lindahl Charles. Fluoride and Monofluorophosphate Analysis. Caries Res. 1983; 17:9-20.
13. Merck & Co., Inc. The Merck Index, An Encyclopedia of Chemicals, Drugs and Biologicals. 11 ed. U.S.A. 1989, 1606p.

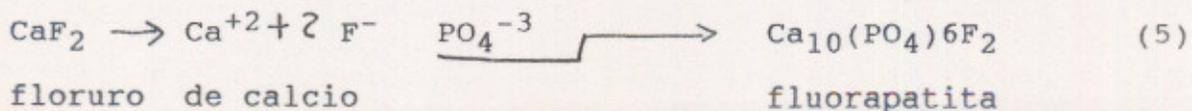
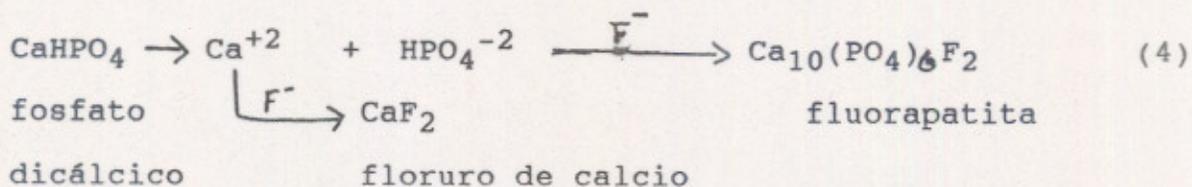
14. Seel R., Torrie J. Bioestadística. Principios y  
Procedimientos. México: Editorial Mc Graw Hill, 1985  
622 p. (p.273 - 275)

ANEXO 1

REACCIONES DEL FLUORURO CON EL MINERAL ESMALTE



Este proceso básico a su vez puede ser completado en la siguiente forma:



## ANEXO 2

### MARCO TEORICO

#### ASPECTOS FISICOQUIMICOS DEL FLUOR:

El flúor es un elemento que en forma pura es un gas de color verde amarillento, y tiene la característica de combinarse con todos los elementos naturales, excepto con el oxígeno y el platino.

Debido a su fuerte electonegatividad y gran poder de reacción química el flúor no se encuentra libre en la naturaleza. Su fuente principal es el espatoflúor o calcita ( $\text{CaF}_2$ ), aunque existen otros compuestos que pueden proveerlo.

El flúor es un elemento muy difundido en la naturaleza y compone un 0.65% del peso de la corteza terrestre, siendo el decimo tercer elemento en el orden de abundancia natural.

Este halógeno es un componente normal e indispensable de la fisiología humana; y si bien no es un alimento pero si un elemento traza (oligoelemento) indispensable y su falta absoluta es perniciosa para la salud (3).

El flúor posee varias propiedades únicas que han causado que se le llame el super halógeno. Es el elemento más electronegativo y es mucho más reactivo que los más electronegativos que le siguen: oxígeno y cloro. Reacciona con casi todos los elementos de la tabla periódica, incluyendo los del grupo VII. Otra propiedad de este elemento consiste en que es el anión más pequeño que existe, y posee una polaridad minima. esto causa que presente altos numeros de coordinación, diferentes estructuras cristalinas

y mayores energías de enlace que otros haluros.

#### TOXICIDAD

La dosis letal media (LD50) del fluoruro de sodia, oralmente en ratas es de 0.18 g/Kg. En humanos existen sintomas severos de toxicidad por la ingestión de menos de 1 g; muerte de 5 a 10 g. Sintomas subletales: náuseas, vómitos, dolor abdominal, diarrea, estupor, debilidad. Sintomas letales: debilidad muscular, temblores, convulsiones, colapso, disnea fallo respiratorio y cardíaco, muerte (13).

Indudablemente la característica mas importante que llevó al interes inicial en el MFP como un recurso de flúor en preparaciones dentrificas es su baja toxicidad aguda, ya que en esta molécula el flúor se encuentra en forma de ión complejo. Los efectos tóxicos del MFP son atribuibles al ión fluoruro liberado por la hidrólisis in vivo del compuesto original; el ión MFP parece no jugar ningún papel en este aspecto. La toxicidad aguda del MFP parece es en alguna medida menor que la del NaF debido a su menor disponibilidad ( a corto plazo) de flúor en el MFP. A largo plazo el MFP produce virtualmente los mismos efectos del cuadro renal y la acumulación esquelética del flúor que produce el NaF.

#### METODOS DE ANALISIS

El método más común para el análisis de flúor es por medio del electrodo selectivo de flúor. otros métodos de análisis incluyen volumetría, colorimetría, cromatografía de gas etc. El

ión monofluorofosfato de sodio (MFP) es analizado después de una hidrólisis. El fluoruro puede ser extremadamente reactivo o extremadamente estable y ésta propiedad hace difícil en algunos casos el análisis. El primer paso para el análisis es la disolución de la muestra y su separación de sustancias que puedan interferir en el análisis. Frecuentemente durante el análisis los complejos de fluoruro son alterados, por ejemplo, por destilación, por hidrólisis con ácido perclórico o ácido clorhídrico para convertir el monofluorofosfato de sodio a ion fluoruro.

#### Método por Electrodo Selectivo de Flúor:

Es el método más popular para el análisis del ión flúor. Se utiliza un electrodo selectivo par ión fluoruro, éste método mide el potencial entre la muestra y el electrodo de referencia calculando la concentración. El análisis con electrodo de flúor es rápido y especialmente usado en soluciones diluídas, debe hacerse mediciones con soluciones estándar. El buffer regulador y la temperatura deben estar controladas ya que con 1 C de diferencia entre las mediciones puede haber hasta un 2% de error en las mediciones. (12)

#### Método por cromatografía:

El método de cromatografía de gas que es usado cuando se convierte el fluoruro a trifluorometilsilano. (12)

ANEXO 3

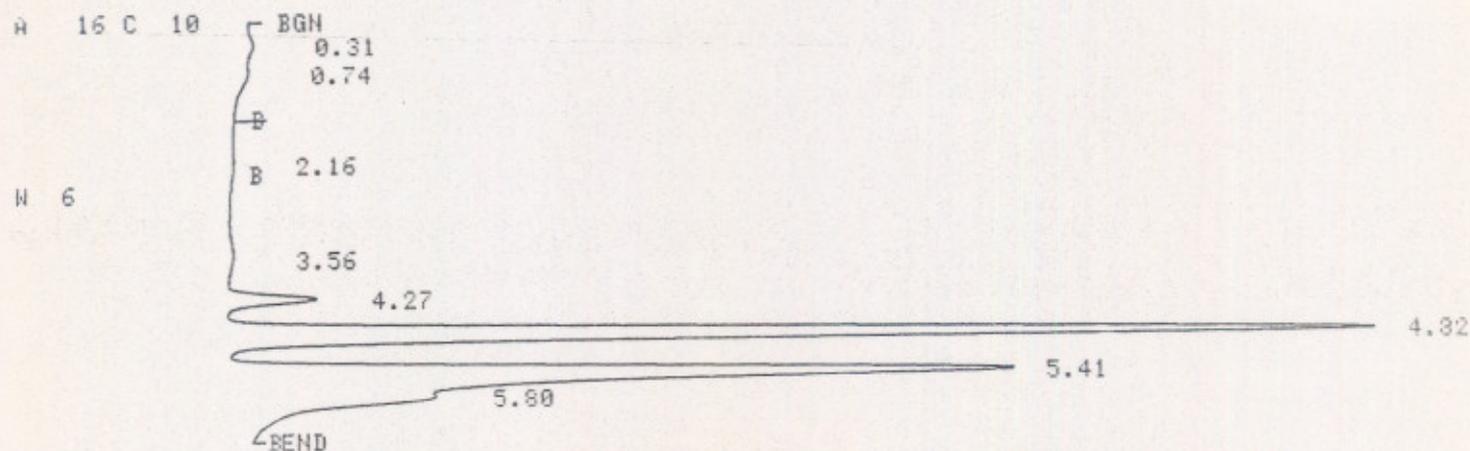
CONCENTRACION EN ppm	CORRELACION INTRACLASES
800	0.120
900	0.145
1000	0.090
1100	0.100
1200	0.020
1300	0.360
1400	-0.080
1500	-0.060

ANEXO 4

PERFIL CROMATOGRAFICO DE LA CURVA ESTANDAR DE FLUOR.

RUN 4 20:30 93/11/03

METHOD CURRENT



RUN 4 20:30 93/11/03

METHOD CURRENT

CALCULATION: %

RT	AREA	BC	AREA %
0.31	0.5344	T	0.7935
0.74	0.3080		0.4574
2.16	0.0251		0.0373
3.56	0.2989	T	0.4439
4.27	1.9474	V	2.8917
4.82	28.7337	V	42.6646
5.41	28.6885	T	42.5975
5.80	6.8114		10.1138

8 PEAKS > AREA/HT REJECT

ANEXO 5

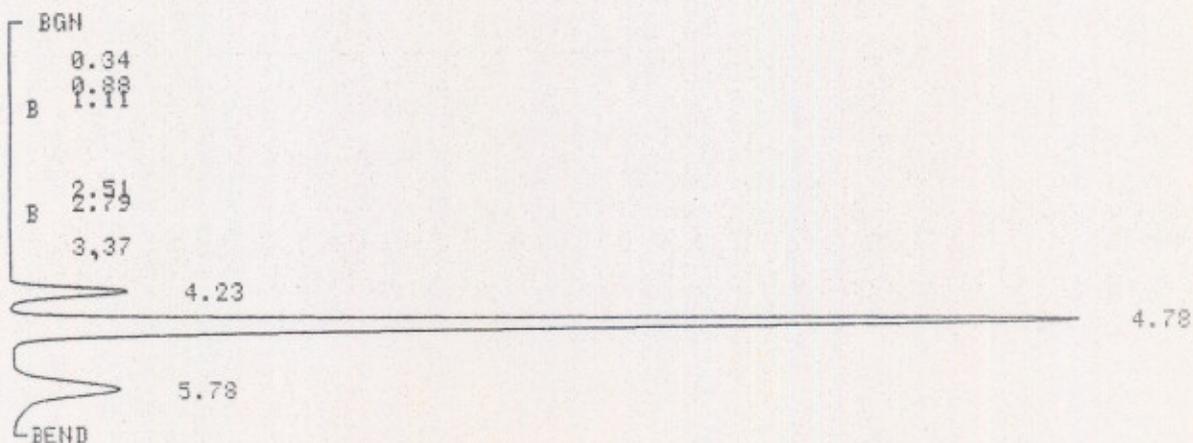
PERFIL CROMATOGRAFICO DEL FLUOR EXTRAIDO DE CREMAS DENTALES

RUN 3 22:38 93/11/08

METHOD CURRENT

A 16 C 10

W 6



RUN 3 22:38 93/11/08

METHOD CURRENT

CALCULATION: %

RT	AREA	BC	AREA %
0.34	0.0266	U	0.0737
0.88	0.0207	U	0.0574
1.11	0.0056		0.0155
2.51	0.0100	T	0.0301
2.79	0.0170		0.0471
3.37	0.0315	U	0.0874
4.23	2.7105	T	7.5019
4.78	28.4938	T	78.8635
5.78	4.8139		13.3235

9 PEAKS > AREA/HT REJECT

15/11/08