

Trabajo completo

Estrategia de validación aplicada a un método potenciométrico desarrollado para la determinación de fluoruro total en pastas dentales

RECIBIDO: 29/06/2011

ACEPTADO: 11/08/2011

Caro, Y. • Santiago, G. • Robles, J. C. • Cámara, M. S. • De Zan, M. M.

Laboratorio de Control de Calidad de Medicamentos (LCCM),
Cátedra de Química Analítica I, Facultad de Bioquímica y
Ciencias Biológicas, Universidad Nacional del Litoral, C.C.
242, S3000ZAA Santa Fe, Argentina. e-mail: yami_caro@
yahoo.com.ar; mmdezan@fcb.unl.edu.ar

RESUMEN: Sobre la base de las directrices establecidas por normas internacionales se seleccionaron los parámetros relevantes y los criterios de aceptación necesarios en el diseño de estudios experimentales, llevados a cabo para validar un nuevo método analítico destinado a la determinación de fluoruro total en pastas dentales. El método fue desarrollado para el control de calidad rutinario de estas preparaciones que contienen fluoruro de sodio y monofluorofosfato de sodio como ingredientes activos. El mismo consiste en una hidrólisis ácida y medición de fluoruro total con un electrodo ión selectivo por potencimetría directa. Los resultados de la validación demostraron selectividad, comportamiento lineal en el rango de trabajo deseado, ausencia de efecto matriz, valores de recuperación buenos

(96.9–101.3%), y muy buena precisión en estudios de repetibilidad y precisión intermedia con valores de CV < 3.0%. El procedimiento presenta además la ventaja de ser rápido, sencillo y mucho más económico en relación a la cromatografía iónica y la titulometría.

PALABRAS CLAVES: Validación, Potencimetría, Pastas dentales, Flúor

SUMMARY: *Validation strategy applied to a potentiometric method developed for the determination of total fluoride in toothpastes.* Based on guidelines established by international regulations we selected relevant parameters and acceptance criteria required for designing experimental studies needed to validate a new analytical method for determination of total fluoride in toothpastes. The method was developed for routine quality control of preparations

containing sodium fluoride and sodium monofluorophosphate as active ingredients. It consists of acid hydrolysis and the measurement of total fluoride using ion selective electrode by direct potentiometry. The validation results demonstrated selectivity, linear behavior in the working range, lack of matrix effect, good recoveries

(96.9 -101.3%) and excellent precision in repeatability and intermediate precision studies with CV <3.0%. In addition, the procedure has the advantage of being fast, easy and much cheaper in relation to ion chromatography.

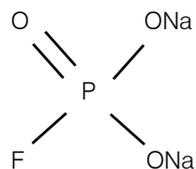
KEYWORDS: Validation, Potentiometry, toothpastes, Fluoride.

1. Introducción

Las pastas dentales son productos comerciales de uso masivo cuya finalidad no es meramente cosmética, sino que están fundamentalmente diseñadas para prevenir diferentes afecciones dentales. El flúor es uno de los componentes más importante de los dentífricos, cuya función es la de colaborar en la prevención de las caries. Se sabe que el ión fluoruro se incorpora al esmalte dentario formando la fluorapatita y la hidroxifluorapatita, compuestos mucho más resistentes a los ácidos bacterianos que la hidroxiapatita [1]. Por otro lado, el flúor inhibe el sistema enzimático bacteriano limitando el crecimiento del biofilm. Sin embargo, la acción cariostática del fluoruro es ejercida dentro de un rango de bajas concentraciones del mismo, mientras que, administrado en altas cantidades se convierte en una sustancia peligrosa. La ingesta aguda de una alta dosis de fluoruro, o la administración crónica de flúor en niveles por encima de lo recomendado, puede conducir a la generación de gastritis, daño renal y fluorosis, una afección dentaria y ósea de gravedad [2,3]. Es así que, el control de la concentración de flúor en las pastas dentales es una medida estrictamente necesaria para el aseguramiento de la salud pública, que en nuestro país está reglamentada por ANMAT. Esta entidad establece, en consonancia con otros organismos

del MERCOSUR, que las pastas dentales deben contener un máximo de 0.15 g % p/p de flúor. [4]. Este principio activo puede ser provisto en los dentífricos en más de una forma química. Hoy en día los compuestos más utilizados son el fluoruro de sodio (FS) y el monofluorofosfato de sodio (MFFS), cuya estructura molecular se presenta en la Figura 1. Mientras que FS es una fuente rápida de flúor en la boca durante el cepillado, el MFFS, que contiene flúor unido covalentemente, se hidroliza lentamente, liberando pequeñas cantidades de fluoruro y de fosfato en forma continua [1].

Figura 1. Estructura molecular de mono-fluorofosfato de sodio.



El contenido de flúor libre y total en las pastas dentales se ha determinado por diferentes técnicas analíticas tales como la, absorción atómica [5,6], titulometría [7], potenciometría [1] y más recientemente por cromatografía iónica [2]. De todas ellas, la determinación potenciométrica utilizando un electrodo ión selectivo (EIS), es, sin dudas, la más conveniente desde el punto de vista