

**Análisis de la calidad de sal de mesa, consumida en el departamento de Santander, usando
parámetros fisicoquímicos: flúor y yodo.**

Javier Eduardo Izquierdo Quintero

**Trabajo de grado en modalidad práctica empresarial para optar el título de: Ingeniero
Químico**

Director:

Viviana Sánchez Torres

Dra. (ing. Química)

Co-Director:

Sandra Bayona Vergel

Ing. Química.

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Bucaramanga

2019

Agradecimientos

Quiero agradecer primeramente a Dios todo poderoso por las bendiciones recibidas durante todo el transcurso de mi vida, seguidamente a todas aquellas personas, familiares y amigos que aportaron un granito de arena en el transcurso de mi carrera, a la ingeniera Sandra Bayona Vergel directora del LDSP , a mi directora Viviana Sánchez Torres, a mi novia Luisa garrido y a todas las personas que se involucraron en mi práctica empresarial; Pero en especial este logro va dedicado a mi madre Blanca Zoraida Quintero López (Q.E.P.D) .

Contenido

	Pág.
Introducción	12
1. Marco Teórico.....	13
1.1 Laboratorio Departamental de Salud Pública (LDSP).....	13
1.2 Yodo.....	14
1.3 Flúor	15
1.4 Historia de la Fortificación de la sal en Colombia.....	15
1.5 Parámetros fisicoquímicos de la sal de mesa según decreto 547 de 1996 (Colombia).....	18
1.6 Método potenciométrico con electrodo de Ion selectivo:	18
1.6.1 Ecuación de Nernst:	19
1.7 Titrande 905 (Metrohm, Suiza)	21
1.8 Características de desempeño	22
1.8.1 Linealidad.	22
1.8.2 Exactitud.	22
1.8.2.1 Recuperación (%R).....	23
1.8.3 Precisión.....	23
2. Objetivos	25
2.1 Objetivo General:.....	25
2.2 Objetivos específicos:	25

3. Metodología	26
3.1 Diagrama de flujo	26
3.2 Documentación del montaje	26
3.3 Verificación del equipo, reactivos y materiales a utilizar.....	27
3.4 Capacitación en el uso del titulador potenciométrico titrando 905 (metrohm, suiza)	27
3.5 Preparación de la curva de calibración	28
3.6 Selección de muestras	29
3.7 Análisis de muestras	29
4. Resultados.....	30
4.1 Verificación del material volumétrico	30
4.1.1 Lavado y preparación del material.....	30
4.2 Verificación del método y análisis estadístico.....	31
4.2.1 Intervalo lineal.	31
4.2.2 Exactitud.	33
4.2.3 Precisión.....	35
5. Análisis de muestras de sal de consumo humano	36
5.1 Cumplimiento del decreto 547 de 1996 de la república de Colombia.....	40
6. Conclusiones.....	42
7. Recomendaciones:	43
Referencias Bibliográficas	44
Apéndices.....	46

Lista de Figuras

	Pág.
<i>Figura 1.</i> Titrande 905 marca Metrohm (Suiza)	21
<i>Figura 2.</i> Diagrama de flujo metodología	26
<i>Figura 3.</i> Curva de calibración flúor	31
<i>Figura 4.</i> Curva de calibración yodo	32
<i>Figura 5.</i> Diagrama de caja y bigotes para flúor	39
<i>Figura 6.</i> Diagrama de caja y bigotes para yodo	40

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. <i>Parámetros fisicoquímicos de la sal de mesa</i>	18
Tabla 2. <i>Diluciones curva de Flúor</i>	28
Tabla 3. <i>Diluciones curva de yodo</i>	29
Tabla 4. <i>%R fortificación de flúor</i>	33
Tabla 5. <i>%R fortificación yodo</i>	34
Tabla 6. <i>%CV para flúor</i>	35
Tabla 7. <i>%CV para yodo</i>	35
Tabla 8. <i>Prueba ANOVA</i>	36
Tabla 9. <i>Datos descriptivos por marcas (yodo)</i>	37
Tabla 10. <i>Datos descriptivos por marcas (flúor)</i>	38
Tabla 11. <i>Cumplimiento de los parámetros flúor y yodo</i>	41

Lista de Apéndices

	Pág.
Apéndice A. Valores experimentales de volumen en la verificación de los balones aforados.....	46
Apéndice B. Valores experimentales de los volúmenes de las pipetas aforadas.	47
Apéndice C. Puntos promedio de las tres curvas de calibración para Flúor.....	48
Apéndice D. Puntos promedio de las tres curvas de calibración para Yodo	49
Apéndice E. Resultados de las mediciones de muestras fortificadas durante 7 días para exactitud (Flúor)	50
Apéndice F. lecturas de las muestras fortificadas durante 7 días para exactitud (Yodo)	51
Apéndice G. Lecturas de los estándares en 7 días para calcular precisión (Flúor).....	52
Apéndice H. Lectura de estándares durante 7 días para precisión (yodo)	53
Apéndice I. Lecturas de las concentraciones de I y F de las 20 muestras seleccionadas.	54

Resumen

TÍTULO: Análisis de la calidad de sal de mesa, consumida en el departamento de Santander, usando parámetros fisicoquímicos: flúor y yodo*.

AUTOR: Javier Eduardo Izquierdo Quintero**

Gracias al frecuente consumo de sal de cocina, se hicieron estudios acerca de su fortificación, para la prevención de enfermedades tales como el bocio y la caries dental que son causados por deficiencia de micronutrientes.

A partir de la creación en el año 1993 del Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (INVIMA) y la expedición del decreto 547 de 1996, es importante contar con un método eficaz para la regulación de las concentraciones de micronutrientes como el yodo y el flúor en la sal de mesa. Es competencia del Laboratorio Departamental de Salud Pública (LDSP) de Santander llevar a cabo la cuantificación de los micronutrientes ya mencionados. Es por esto que el laboratorio decidió implementar el método de ion selectivo desarrollado por el INVIMA (Velasquez, 1997), para realizar la medición de la concentración de flúor y yodo en las sales de mesa que se consumen en el departamento de Santander.

Se evaluó el método mediante las siguientes figuras de mérito: linealidad, exactitud y precisión. Los resultados obtenidos fueron satisfactorios, para la linealidad se obtuvo un $R^2=0.9993$ para flúor y $R^2=0.9998$ para yodo; la exactitud se comprobó calculando los porcentajes de recuperación (R%), los cuales estuvieron en el rango de 60 %-80%; la precisión se constató con el coeficiente de variación (%CV) los cuales fueron menores al 5%. Lo anterior confirma que es un método confiable para la emisión de resultados. Se realizó el análisis de muestras de sal, de 7 diferentes marcas recogidas por el área de salud ambiental perteneciente al Ministerio de Salud y Protección Social, para determinar la calidad de la sal en cuanto a parámetros fisicoquímicos flúor y yodo, el cual dió como resultado que el 40% de las sales no cumplen con el rango de concentración de flúor o yodo fijado por ley (180 ppm-220 ppm flúor; 50 ppm – 100 ppm yodo) y una concentración promedio para flúor de 188.996 ± 45.583 ppm y para yodo de 60.084 ± 9.779 ppm.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas Escuela de Ingeniería Química Director: Viviana Sánchez Torres Co-Director: Sandra Bayona Vergel Ing. Química.

Abstract

TITLE: Analysis of the quality of table salt, consumed in the department of Santander, using physicochemical parameters: fluorine and iodine *.

AUTHOR: Javier Eduardo Izquierdo Quintero **

Thanks to the frequent consumption of table salt, studies were made about its fortification, for the prevention of diseases such as goiter and tooth decay that are caused by micronutrient deficiency.

From the creation in 1993 of the National Institute for Food and Drug Surveillan (INVIMA) and the issuance of Decree 547 of 1996, it is important to have an effective method for the regulation of micronutrient concentrations such as iodine and fluorine in table salt. It is the responsibility of the Departmental Laboratory of Public Health (LDSP) of Santander to carry out the quantification of the micronutrients already mentioned Reason for because laboratory decided to implement the selective ion method developed by INVIMA (Velasquez, 1997), to measure the concentration of fluorine and iodine in the table salts consumed in the department of Santander.

The method was evaluated by the following figures of merit: linearity, accuracy and precision. The results obtained were satisfactory, for linearity was obtained an $R^2 = 0.9993$ for fluorine and $R^2 = 0.9998$ for iodine; the accuracy was checked by calculating the recovery percentages (R%), which were in the range of 60% -80%; The accuracy was checked by the coefficient of variation (% CV) which were less than 5%. The above confirms that it is a reliable method for issuing results. The analysis of salt samples, from 7 different brands collected by the environmental health area belonging to the Ministry of Health and Social Protection. For performed to determine the quality of the salt in term of fluorine and iodine physicochemical parameters, which resulted in that 40% of salts do not comply the fluorine or iodine concentration range set by law (180 ppm-220 ppm fluorine; 50 ppm - 100 ppm iodine) and an average concentration for fluorine of $188,996 \pm 45,583$ ppm and for iodine $60,084 \pm 9,779$ ppm.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas Escuela de Ingeniería Química Director: Viviana Sánchez Torres Co-Director: Sandra Bayona Vergel Ing. Química.

Introducción

La fortificación de la sal para consumo humano con yodo y flúor es un requisito en Colombia, para evitar trastornos y enfermedades asociadas con falta de estos micronutrientes. Es obligación de los entes gubernamentales realizar el análisis de los correctos niveles de estos micronutrientes (Ministerio de salud, 2015), los cuales están contemplados en el decreto 547 de 1996 (Colombia), razón por la cual es de vital importancia que el Laboratorio Departamental de Salud Pública (L.D.S.P) cuente con un método eficaz para la cuantificación en los niveles de flúor y yodo.

Actualmente el LDSP de Santander no cuenta con una verificación del método de ion específico para determinar el contenido de flúor y yodo, parametrizado en la intranet de la gobernación de Santander bajo código MI-GSGI-42 (L.D.S.P, 2018), aplicado al equipo de titulación potenciométrica Titrande 905 (Metrohm, Suiza). En este trabajo de grado modalidad práctica empresarial, se plantea la verificación del método anteriormente mencionado, mediante la evaluación de su aplicación por medio de figuras de mérito como: linealidad, precisión y exactitud. Posteriormente se realizó un análisis de la calidad de 20 muestras de sal de consumo humano, recolectadas en 20 localidades del Santander por parte del área de salud ambiental para los parámetros flúor y yodo.

1. Marco Teórico

1.1 Laboratorio Departamental de Salud Pública (LDSP)

El LDSP se encuentra ubicado en la ciudad de Bucaramanga, es una sección de la Secretaría de Salud Departamental la cual tiene como deber realizar actividades de apoyo en la vigilancia epidemiológica de patologías de interés en salud pública, de acuerdo a las resoluciones definidas en el decreto 2323 de 2006, en donde se reglamenta parcialmente la ley 09 de 1979 concerniente con la Red Nacional de Laboratorios y se expiden otras disposiciones; y el decreto 3518 de 2006, por el cual se crea y reglamenta el sistema de vigilancia en salud pública y se dictan otras disposiciones, ambos emanados del Ministerio de la Protección Social. Dentro de sus responsabilidades se encuentran prestar servicios de análisis, diagnóstico y control de calidad de muestras enviadas por los laboratorios clínicos y demás Instituciones Prestadoras de Salud (IPS) interesados en las áreas de micobacterias, parasitología, virología, toxicología, entomología, aguas y alimentos en general. Además, realiza actividades de capacitación, asesoría técnica, investigación y supervisión a bancos de sangre y laboratorios clínicos y de alimentos (Mendieta, 2012).

En el decreto 547 de 1996 expedido por el Ministerio de Salud de Colombia, se establecen parámetros fisicoquímicos tales como: porcentaje de humedad, contenido de plomo, presencia de sulfatos, contenido de flúor, de yodo entre otros. Es labor del Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (INVIMA), velar por el cumplimiento del decreto anteriormente

mencionado, además de acreditar los laboratorios para asegurar a los clientes la confiabilidad de los resultados (Ministerio de salud, 1996).

Para garantizar la calidad de sal de mesa, es necesario acudir al análisis de parámetros fisicoquímicos de concentraciones permitidas de yodo (50-100 ppm expresado como yoduro) y flúor (180-220 ppm expresado como fluoruro) (INVIMA, 2018), debido a que son de vital importancia dentro de la dieta humana y que si se presenta una carencia de estos micronutrientes, podría desencadenar un problema de salud pública como el ocurrido en el lapso de los años 1994/1998 en la República de Colombia. (Ministerio de salud, 2015)

Dentro de las funciones del LDSP se encuentra: “Elaborar programas y proyectos dirigidos al fomento de la salud, prevención de la enfermedad, el control de factores de riesgo y enfermedades” (Gobernacion de santander, 2017) . Por lo anterior es indispensable para el LDSP analizar la calidad de sal de mesa que se está consumiendo en el departamento de Santander, para diagnosticar, cuantificar y analizar los niveles de flúor y yodo que están contenidos en esta.

1.2 Yodo

El yodo es un elemento esencial para el funcionamiento de la glándula tiroides y para la formación de las hormonas tiroxina (T4) y la triyodotironina (T3); ambas son esenciales para el desarrollo del sistema nervioso central, participa en la síntesis de hormona tiroidea la cual es indispensable para el desarrollo de procesos como la termorregulación, el metabolismo intermediario, la síntesis de proteínas, la reproducción, el crecimiento, el desarrollo y las funciones neuromuscular y hematopoyética. El yodo se encuentra disponible en los mariscos y el pescado, y desde que se reglamentó la yodación de la sal, esta es la principal fuente (Ministerio de salud, 2015).

1.3 Flúor

Es un elemento que se encuentra en la corteza terrestre y tiene una distribución extensa en la naturaleza. Algunos fluoruros se añaden a las pastas de dientes y en algunos países al agua potable para la prevención de la caries dental.

La caries dental es un problema de Salud Pública que ha afectado a la humanidad durante siglos, el daño que causa es acumulativo e irreversible y requiere de mucho tiempo y recursos para su tratamiento, produce trastornos funcionales, digestivos, estéticos, fonéticos y mucho dolor, especialmente en la niñez. La fluoración de la sal de consumo humano, debe contribuir a la prevención de la caries dental, sin que por exposición a niveles elevados de flúor derive en la generación de fluorosis dental y/o esquelética en la población; toda vez que se trata de un alimento de fácil acceso (Ministerio de salud, 2015).

1.4 Historia de la Fortificación de la sal en Colombia

Los procesos de fluoración y yodación de la sal se utilizan como factor protector en la reducción de la presencia de enfermedades, tales como el bocio por deficiencia de yodo y la caries dental por deficiencia de flúor. Esta problemática se vio materializada en el país entre 1994 y 1998, periodo en el cual, de acuerdo con el Sistema de Información de Nutrición de Minerales y Vitaminas de la organización mundial de la salud (VMNIS) , en el país se presentó una prevalencia de deficiencia de yodo (concentración de yodo urinario) en la población infantil de edades entre los 8 y los 13 años, con un índice de deficiencia superior en los departamentos de la Guajira, Cesar, Magdalena, Antioquia, Tolima, Huila, Caqueta, Santander y Norte de Santander. Tras

la creación del decreto 547 de 1996 el cual regula las condiciones de producción, empaque comercialización y calidad de la sal para consumo humano (Ministerio de salud, 1996), en el año 1998 Colombia logró erradicar los desórdenes por deficiencia de yodo, gracias a la yodación efectiva de la sal con la implementación de la política de yodación universal de la sal (YUS); sin embargo en el año 2007 la Organización Mundial de la Salud (OMS) clasificó al país en su ingesta de yodo “Mas que adecuada”, es decir que se estaba corriendo el riesgo de hipertiroidismo yodo-inducido (IIH) enfermedad que se caracteriza por el aumento de la actividad funcional de la glándula tiroideas. (Ministerio de salud, 2015)

En Colombia en el año 1953 se comenzó la adición de flúor en agua como medida preventiva de salud en los municipios de Girardot, Manizales, Calí y Medellín, esta fue interrumpida en el año 1960 (excepto en Manizales), tanto por el alto costo, como también por la baja cobertura poblacional lograda (Menos del 40% de la población beneficiada). En el caso de Manizales la fluoración del agua duró 27 años. En 1963 se estudió la fluorización de la sal como medida de prevención masiva dental, se seleccionó a los municipios de Armenia, Don Matias, Montebello y San Pedro en el departamento de Antioquia, tomando como base una concentración de 1,0 ppm de flúor determinada por la encuesta dietética y el consumo diario. Tras este estudio se evidenció una reducción notable de la caries dental (60%-65%) de las personas que recibieron sal fluorizada y sumándose la experiencia de más de 30 años en Suiza, en el año 1984 se aprobó la fluorización de la sal de consumo humano (MINSALUD, 2016).

El Ministerio de Salud creó estrategias apoyándose en el marco legal que le otorgó la ley 100 DE 1993, mediante los artículos 245 y 248 y a través del decreto 1290 de junio 22 de 1994, donde se formalizó y reglamentó las funciones del Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (INVIMA), quien asumió la responsabilidad de desarrollar el programa Nacional de

control de la calidad de la sal para consumo humano en las diferentes etapas del proceso de producción ,empaque y distribución. Entre las estrategias creadas por el Ministerio de Salud se destacan:

1. El INVIMA deberá identificar las acciones de vigilancia y control de la sal en los puertos de entrada, procesadoras, re-empacadoras y comercializadoras.
2. Que todos los alcaldes y secretarios de salud de los municipios afectados participen activamente en el monitoreo de las acciones de control en coordinación con el INVIMA, a través de la incorporación de acciones específicas en el plan de atención básica (PAB) tales como: La realización de un muestreo aleatorio cada dos meses a las empacadoras, en 5 unidades de sal del mismo lote por cada marca, y enviarlas al laboratorio departamental de salud pública (LDSP) para su análisis, de acuerdo al decreto 547 de 1996. El laboratorio a su vez deberá enviar los resultados al INVIMA y a la dirección seccional y municipal de salud quienes deberán aplicar medidas sanitarias y legales estipuladas. (Vargas, Sierra, Torres, & Betancourt, 2012). A continuación, en la tabla 1 se detallan los parámetros fisicoquímicos de la sal de mesa y sus niveles permisibles según la legislación colombiana:

1.5 Parámetros fisicoquímicos de la sal de mesa según decreto 547 de 1996 (Colombia)

Tabla 1.

Parámetros fisicoquímicos de la sal de mesa

REQUISITOS	Límites	
	Mínimo	Máximo
cloruro de sodio como NaCl % m/m base seca		99
contenido de humedad entre 100°C y 100°C m/m		0.2
contenido de flúor expresado como fluoruro en mg/kg (ppm)	180	220
contenido de iodo, expresado como yoduro en mg/kg (ppm)	50	100
contenido de sulfato como SO ₄ en mg/kg		2800
contenido de calcio expresado como Ca ⁺² en mg/kg		1000
contenido de magnesio, expresado como Mg ⁺² mg/kg		800
otros insolubles, en mg/kg otros insolubles en agua		1600
Contaminantes		
plomo en mg/kg		1
Arsénico en mg/kg		1
Granulometría		
pasa malla 20		80
pasa malla 70		20

Tomado de: Decreto 547 de 1996 República de Colombia.

1.6 Método potenciométrico con electrodo de Ion selectivo:

Un electrodo de ion selectivo, es un dispositivo que entra en contacto con una solución que contiene iones disueltos en una solución para los cuales es selectivo, y se desarrolla un potencial eléctrico el cual guarda relación con la concentración de la muestra.

Estos electrodos están diseñados para medir por tres métodos de análisis: potenciometría directa, métodos de incremento y titulaciones potenciométricas, siendo de nuestro interés el último de los métodos mencionados (Martinez, 2008).

El método potenciométrico está basado en la diferencia de potencial que se desarrolla entre el electrodo sensor y el electrodo de referencia, ya que este es una medida de la especie reactiva. Al variar la actividad de la especie reactiva en el sensor, también varía el potencial que se mide entre estos dos electrodos. Esta generación de corriente eléctrica mediante una reacción química o el empleo de la corriente eléctrica para causar la reacción, hace que las concentraciones de las especies involucradas cambien y esto conduce a un cambio en el potencial eléctrico del medio. Nernst propuso una relación matemática entre esas dos variables, ecuación que se deduce de las consideraciones termodinámicas en el sistema. Esta ecuación expresa la relación cuantitativa entre el potencial redox estándar de un par redox determinado, su potencial observado y la proporción de concentraciones entre el donador de electrones y el aceptor (Martinez, 2008).

1.6.1 Ecuación de Nernst:

$$E = E_o - \frac{RT}{NF} \ln(Q) \quad (1)$$

- E_o : Potencial redox estándar.
- E : Potencial del electrodo.
- R : constante universal de los gases (8.314 J/k* mol)
- T : temperatura del sistema en K
- N : número de electrones transferidos
- F : constante de Faraday $9.6485 \cdot 10^4 C/mol$, donde C es la corriente en Columbs.

El voltaje puede ser expresado como el cociente entre la energía en J y la corriente en C:

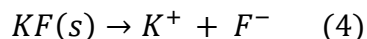
$$\text{Voltaje } (v) = \frac{\text{Energía } (J)}{\text{Corriente } (C)} \quad (2)$$

$$\frac{RT}{NF} = \left(\frac{8.314 * J/mol.K * (298K)}{N * (9.6485 * 10^4 C/mol)} \right) = \frac{0.0252v}{N} \quad (2.1)$$

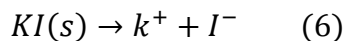
Remplazando los valores de estas constantes en la ecuación de Nernst, y realizando la simplificación de variables semejantes, se obtiene una ecuación estándar expresada de la siguiente manera:

$$E = E_o - \frac{0.05915v}{N} * \text{Ln}Q \quad (3)$$

Para el análisis de fluoruro y ioduro provenientes de sus respectivas sales, el cociente de reacción (Q) viene dado de la siguiente manera:



$$Q = \frac{[K^+] + [F^-]}{[KF]} \quad Q = [F^-] \quad (5)$$



$$Q = \frac{[K^+] + [I^-]}{[KI]} \quad Q = [I^-] \quad (7)$$

Tanto la concentración de fluoruro de potasio (KF) como de ioduro de potasio (KI) es constante.

La ecuación de Nernst es de aplicación universal para los potenciales de estado estacionario generados por una diferencia de concentraciones, a través de cualquier tipo de interfases como son las celdas electroquímicas, membranas biológicas o artificiales y el electrodo selectivo (Rangel Prada, 2005).

1.7 Titrande 905 (Metrohm, Suiza)



Figura 1. Titrande 905 marca Metrohm (Suiza)

El titulador potenciométrico con dosinos de alta gama, utiliza el método del electrodo específico para estipular el contenido de iones a determinar. Esta técnica se basa en la medida del potencial de una solución que contiene dichos iones, cuando se sumergen dentro de ella un electrodo específico y un electrodo de referencia, creándose una corriente eléctrica entre la solución de la muestra y la solución interna del ion selectivo. El potencial desarrollado es una medida de la concentración del ion que se está analizando.

El electrodo específico consta de una membrana de fluoruro de lantano y una solución interna contenidos en un cuerpo epóxico. El cristal es un conductor iónico donde solo los iones fluoruro son movibles. Cuando la membrana se introduce en una solución de fluoruro se desarrolla un potencial de electrodo a través de ella. Este potencial depende de la cantidad de iones fluoruro/ioduros libres en solución y es comparado con un potencial de referencia externo constante con un medidor de ion específico (Rangel Prada, 2005).

La medida del potencial correspondiente a la concentración de los iones en la solución, esta descrita por la ecuación:

$$E = E_0 - S \log A \quad (8)$$

Donde:

- E=potencial del electrodo
- E₀=potencial de referencia (constante)
- A=concentración de fluoruro en la solución
- S=pendiente del electrodo

1.8 Características de desempeño

1.8.1 Linealidad. Ámbito entre la menor y la mayor concentración de analito en la muestra (incluyendo estas concentraciones) para las cuales se ha demostrado que el procedimiento analítico tiene el nivel adecuado de precisión, exactitud y linealidad.

La linealidad es la capacidad del método analítico para producir resultados directamente proporcionales a la concentración o cantidad de analito en un rango definido. Se determina mediante el tratamiento matemático de los resultados del análisis del analito a diferentes cantidades o concentraciones. (Mendez, 2016)

1.8.2 Exactitud. El término “exactitud”, se refiere a una combinación de veracidad y precisión de un conjunto de resultados de un ensayo, y supone una combinación de componentes aleatorios y un componente común de error sistemático o sesgo. La veracidad determina el grado de

coincidencia existente entre el valor medio obtenido de una serie de resultados y un valor de referencia aceptado y puede ser determinado por recuperación. (Mendez, 2016)

1.8.2.1 Recuperación (%R). Es la capacidad que tiene un procedimiento analítico para determinar cuantitativamente una especie química adicionada a una muestra y permite ver el grado de proximidad entre una medida y el valor verdadero. Se recomienda realizar a lo menos 6 mediciones de cada uno en lo posible en tres niveles. Se debe considerar al elegir estos niveles el rango de la curva de calibración del método, el LOD y el LMP establecido. De manera que los niveles seleccionados permitan entregar la mejor información posible respecto a la capacidad de recuperación del método, en cuanto a estos valores críticos. (Mendez, 2016)

$$\%R = \frac{C_e - C_0}{C_a} \times 100 \quad (12)$$

Dónde: C_e : es la concentración de analito obtenida

C_0 : es la concentración de analito medida en la muestra sin adicionar (blanco)

C_a : es la concentración de analito preparada.

1.8.3 Precisión. Es el grado de concordancia entre los resultados de las pruebas individuales cuando el procedimiento se aplica repetidamente a la misma muestra.

Las dos mediciones más comunes de precisión son la repetibilidad y la reproducibilidad. La repetibilidad nos expresa la variabilidad que puede esperarse, cuando un método es ejecutado por un solo analista en un mismo equipo durante un lapso de tiempo relativamente corto. Si la muestra es analizada por distintos laboratorios para efectuar una comparación se obtiene una medición más significativa de la precisión y es la reproducibilidad.

La precisión usualmente se expresa con la desviación estándar o con la desviación estándar relativa.

$$\%CV = \frac{\sigma}{\mu} \quad (13)$$

Donde

%CV: porcentaje de variación

σ : desviación estándar de la población

μ : media aritmética de la población

Si el CV es menor o igual al 10% se acepta que el método de análisis es preciso, de lo contrario se cuestiona su precisión. (Mendez, 2016).

2. Objetivos

2.1 Objetivo General:

Analizar la calidad de sales de mesa consumidas en el departamento de Santander, usando parámetros fisicoquímicos: concentración de flúor y yodo, para 20 muestras suministradas por el área de salud ambiental, de 7 diferentes marcas y en 20 localidades del departamento de Santander.

2.2 Objetivos específicos:

- Verificar el método de titulación con ion selectivo propuesto por el LDSP, para la determinación de los niveles de flúor y yodo en sal de mesa, utilizando el equipo Titrande 905.
- Aplicar el método verificado, en muestras de sal de mesa recolectadas en el departamento de Santander.
- Comprobar en las muestras analizadas el cumplimiento del Decreto 547 de 1996 con respecto a los niveles de flúor y yodo, que regula la calidad de la sal de mesa en nuestro país.

3. Metodología

3.1 Diagrama de flujo

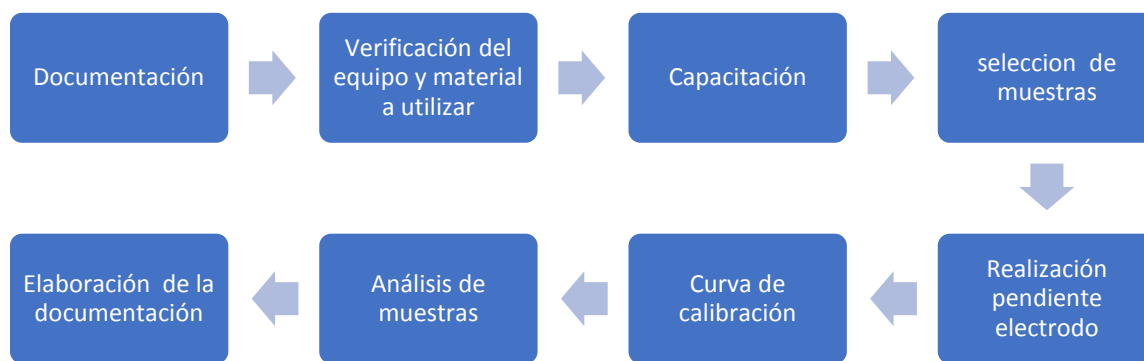


Figura 2. Diagrama de flujo metodología

3.2 Documentación del montaje

Se buscaron métodos de la AOAC internacional para el flúor: “Official method 984.37 “Fluoride in drugs tablets and solutions, fluoride selective electrode method”; para yodo: “Official method 992.24 iodide in ready -to-feed milk iodide selective electrode method”. Para constatar que el método que se encuentra normalizado en el LDSP estaba enfocado en métodos internacionales normalizados y validados, cabe mencionar que, aunque los métodos de la AOAC no estaban aplicados directamente para medir flúor y yodo en sal de mesa, si utilizaban una metodología de ion selectiva muy similar a la del método del LDSP.

3.3 Verificación del equipo, reactivos y materiales a utilizar

La coordinación del LDSP y los Profesionales del área de Físico Químicos de Alimentos, gestionaron el mantenimiento del equipo titrando 905 (metrohm, Suiza). Se estipuló que la dosificación de la solución potenciadora iónica: ISA y TISAB II, se realizaría de forma manual.

La verificación del material volumétrico plástico se efectuó siguiendo el procedimiento descrito en el manual de calibración Blau Brand (BLAUBRAND, 2015).

Se usaron patrones de calibración yoduro de sodio NaI (Orión, Estados Unidos), fluoruro de sodio NaF (Orión, Estados Unidos) y la solución potenciadora de fuerza iónica TISABII (Thermo Scientific, Estados Unidos), para el caso de la solución potenciadora ISA se preparó con NaNO_3 (5M) según el manual del INVIMA. Se trabajaron soluciones de llenado de electrodo de referencia externa e interna: KNO_3 (Metrohm, Suiza) y KCl (Metrohm, Suiza). El agua ultra pura tipo I se obtuvo empleando el equipo PureLab Flex (ELGA).

3.4 Capacitación en el uso del titulador potenciométrico titrando 905 (metrohm, suiza)

Un representante de la empresa Polco S.A.S y profesionales adscritos al Laboratorio de Físico Químicos de Alimentos del LDSP, dirigieron una capacitación acerca de la correcta manipulación del software Tiamo, que es utilizado por el titulador potenciométrico Titrando 905 y se configuraron los métodos propuestos anteriormente.

3.5 Preparación de la curva de calibración

Para la curva de calibración de flúor se preparó la dilución patrón de 190 ppm tomando una alícuota de 10 ml de la solución NaF (0.1 M), y se aforó con agua tipo I a 100 ml, a partir de esta dilución se realizaron los patrones de 0,5 ppm ,1 ppm,2.5 ppm y 5 ppm.

La curva de calibración de yodo se preparó a partir de la dilución patrón de 50 ppm, la cual se consiguió tomando una alícuota de 0.394 ml de la solución NaI (0.1M) y aforando con agua tipo I a 100 ml, a partir de esta dilución se prepararon las de 0.5 ppm, 1 ppm, 2.5 ppm y 5 ppm.

Una vez realizadas las diluciones se procedió a tomar una alícuota de 10 ml de cada concentración, y agregar 10 ml de TISABII para el caso del flúor. Para el caso de yodo se tomaron los 100 ml de cada dilución y se agregaron 2 ml de solución ISA. A continuación, se sumergieron el electrodo de referencia, el selectivo y el sensor de temperatura del titulador Metrohm 905 dentro de las disoluciones y se inició el método en el ordenador.

La curva de calibración se debió realizar todos los días y se trabajó un máximo de 15 muestras diarias debido a la sensibilidad del equipo. A continuación, en las tablas 2 y 3 se detalla la preparación de las diluciones con las cuales se preparó la curva de calibración.

Tabla 2.

Diluciones curva de Flúor

Diluciones para curva de Flúor		
Alícuota (190mg/L)	Patrones	flúor (mg/L)
263µL		0.5
526µL		1
1315µL		2.5
2631µL		5

Nota. Tomado de. LDSP de Santander

Tabla 3.

Diluciones curva de yodo

Diluciones para curva de Yodo	
Alícuota (50 mg/L)	Patrones Yodo (mg/L)
1000 μ L	0.5
2000 μ L	1
5000 μ L	2.5
10000 μ L	5

Nota. Tomado de LDSP de Santander

3.6 Selección de muestras

Las 20 muestras para el análisis fueron suministradas por el área de salud ambiental, adscrita al ministerio de salud y protección social, las cuales eran de 7 marcas diferentes y recolectadas en 20 localidades del departamento.

3.7 Análisis de muestras

Para el análisis de las muestras, siguiendo el procedimiento parametrizado por el LDSP, se pesaron 10 g de cada sal, a continuación, se disolvieron en agua tipo 1 y se aforó a 100 ml consiguiendo una disolución homogénea, se toma una alícuota de 10 ml y de nuevo se aforó con agua tipo I a 100 ml; una vez se tiene esta dilución se tomó una alícuota de 10 ml y se agregaron 10 ml de solución TISAB II para el caso de medición de flúor. Para medición de Yodo se tomaron los 100 ml de la dilución y se agregan 2 ml de solución ISA. Para ambos casos se procedió a introducir los electrodos junto con el sensor de temperatura del equipo titrando 905 y se escoge el método de

determinación flúor/yodo según corresponda, la medición demora 180 s a agitación constante. Una vez realizada la medición se lavó los electrodos con agua destilada y se secaron cuidadosamente para continuar con la siguiente muestra.

La medición de las muestras se realizó por duplicado cuando estaban dentro de los rangos (180 ppm -220 ppm fluor;50 ppm -100 ppm yodo) y se registró la medición promedio de estas. Cuando no estaban dentro del rango, se realizaron otras tres réplicas del procedimiento para verificar el resultado.

4. Resultados

4.1 Verificación del material volumétrico

4.1.1 Lavado y preparación del material. En el anexo A y B se muestran los resultados de la verificación. Es importante mencionar que las mediciones de volumen realizadas en la verificación se realizaron por triplicado hallándose un promedio de cada una de ellas. Al observar detalladamente los anexos A y B podemos evidenciar que el volumen promedio de los 30 balones plásticos aforados de 100 ml fue de 99.9 ml dándonos un error de 0.1 ml, el cual está por debajo del especificado por el fabricante (balones +/- 0.2 ml); para el caso de las pipetas volumétricas de 10 ml, el volumen promedio fue de 9.9 con un error promedio de 0.01 ml el cual está por debajo del especificado por el fabricante (+/- 0.02 ml).De lo anterior se infiere que el material volumétrico se encuentra en óptimas condiciones.

4.2 Verificación del método y análisis estadístico

4.2.1 Intervalo lineal. Para el intervalo lineal de flúor se realizaron tres curvas de calibración, con 9 puntos comprendidos entre un rango de calibración desde 0.2 ppm hasta 10 ppm. Los datos promedio de cada punto de la curva se encuentran en anexo C. La ilustración de la curva de calibración (potencial “U” vs logaritmo de la concentración “logConc”) promedio y las barras de error con respecto a la desviación media de las tres mediciones están representadas en la figura 3, obtenida de una hoja de cálculo de Microsoft Excel 2016 .

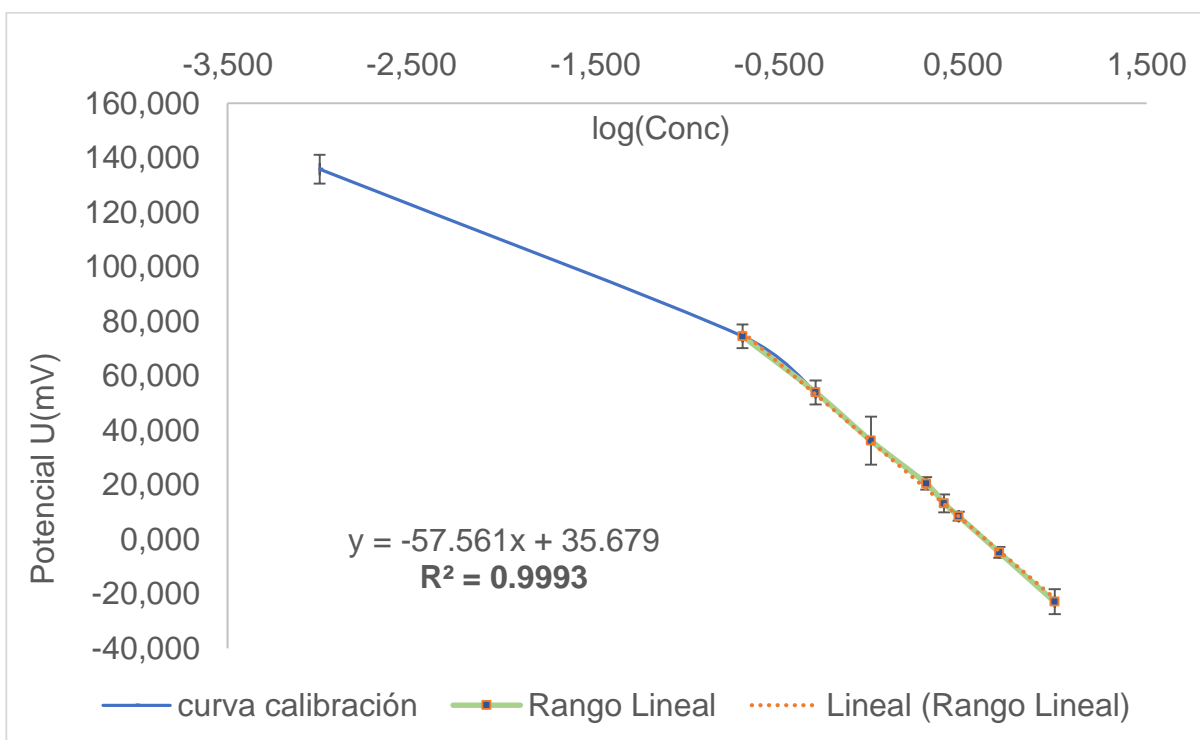


Figura 3. Curva de calibración flúor

La línea sombreada verde de la gráfica anterior representa la linealidad existente entre los patrones (0.2 ppm-10 ppm) con un $R^2=0.9993$, el cual está dentro de los criterios de aceptación de

la literatura (LDSP, 2018). Se confirma que el rango lineal es consecuente con el que utiliza el método de ion específico del INVIMA que va desde 0.5 ppm hasta 5 ppm (INVIMA, 1997).

Para determinar el intervalo lineal del método en el parámetro yodo, se realizó el mismo procedimiento hecho para flúor, los datos promedio para cada punto de la curva de calibración se encuentran en el anexo D. La ilustración de la curva de calibración (potencial “U” vs logaritmo de la concentración “LogConc”) promedio y las barras de error con respecto a la desviación media de las tres mediciones están representadas en la figura 4, obtenida de una hoja de cálculo de Microsoft Excel.

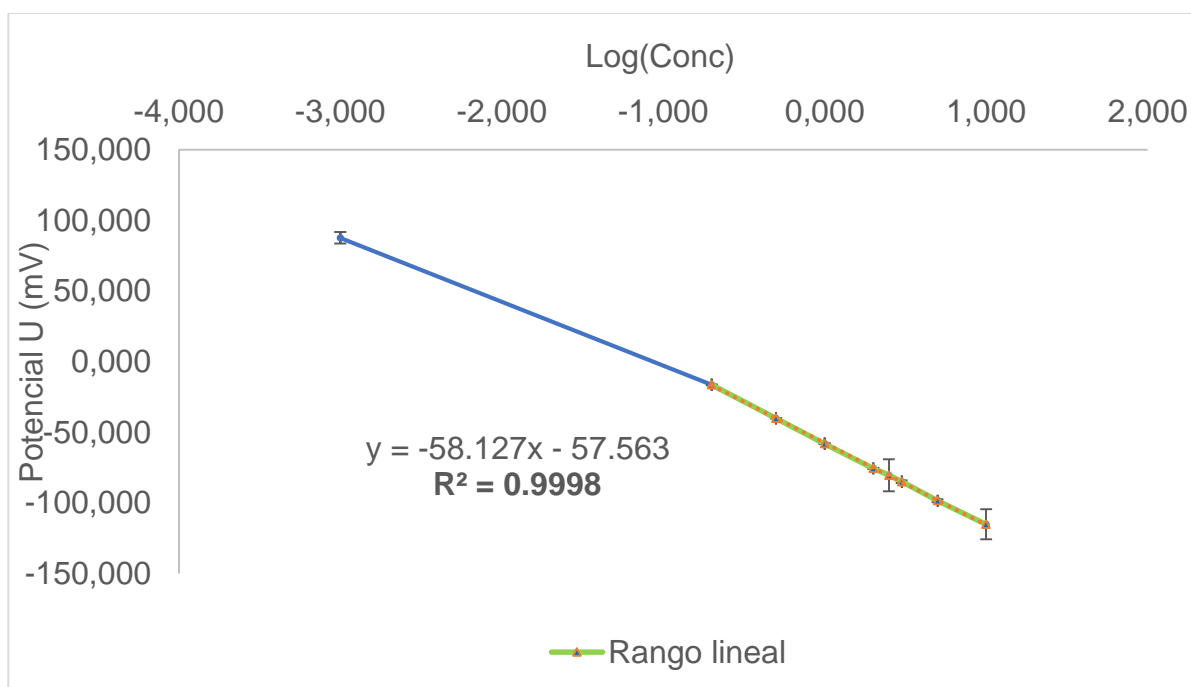


Figura 4. Curva de calibración yodo

La línea verde representa el intervalo lineal (0.2 ppm-10 ppm) que al igual que en el parámetro flúor, muestra la linealidad del método con un $R^2=0.9998$, el cual está dentro de los criterios de aceptación según la literatura (LDSP, 2018). Se constató el rango lineal propuesto por el método de ion específico del Invima de 0.5 ppm hasta 5 ppm (INVIMA, 1997).

4.2.2 Exactitud. Para evaluar la exactitud se fortificaron con KF, 3 muestras de una sal de mesa de referencia previamente analizada (206 ppm de flúor), la primera fortificación fue de 112 ppm, la segunda de 207 ppm y la tercera de 294 ppm, durante 7 días seguidos se realizó el mismo procedimiento de las fortificaciones y se registraron las mediciones.

La Exactitud se midió mediante el porcentaje de recuperación tal como está en la ecuación 12. Los resultados de las mediciones obtenidas se encuentran en el anexo F para flúor y G para yodo. Los %R se encuentran en las tablas 4 y 5.

Tabla 4.

%R de fortificación de flúor

MUESTRA	%R						
	día 1	día 2	día 3	día 4	día 5	día 6	día 7
Fortificación de 112 ppm de F (KF) a partir de muestra de 206 ppm de F (sal)	89.688	90.375	97.571	82.643	66.304	88.000	77.161
Fortificación de 207 ppm de F (KF) a partir de muestra de 206 ppm de F (sal)	92.208	88.140	90.870	86.126	89.565	89.580	87.575
Fortificación de 294 ppm de F (KF) ppm a partir de muestra 206 ppm F (sal)	95.554	94.711	98.449	96.112	96.874	93.381	95.054

En el caso del yodo se fortificó una muestra conocida (78 ppm) con concentraciones de yodo de: 140 ppm, 207 ppm, 305 ppm, durante 7 días se realizó el mismo procedimiento de las tres fortificaciones y se registraron las mediciones.

Tabla 5.

%R fortificación yodo

MUESTRA	%R						
	día 1	día 2	día 3	día 4	día 5	día 6	día 7
Fortificación de 140 ppm de I (KI) a partir de muestra de 78 ppm de I (sal)	64.729	84.479	91.057	80.614	87.464	78.757	70.171
Fortificación de 207 ppm (KI) a partir de muestra de 78 ppm de I (sal)	83.459	91.686	97.807	95.377	92.130	87.372	102.614
Fortificación de 305 ppm de I (KI) a partir de muestra 78 ppm de I (sal)	84.170	86.187	81.144	85.387	89.403	87.692	94.148

Los %R están dentro de los criterios de aceptación 60% - 80%, incluso más exactos, establecidos para métodos de ion selectivo. (Aguilar , 2001).

4.2.3 Precisión. Se determinó la precisión por medio de la repetibilidad de las mediciones, tomadas por un solo analista durante 7 días de tres estándares de concentraciones: 50 ppm, 100 ppm, 250 ppm. Las mediciones se encuentran en los anexos H (flúor) e I (yodo). Los %CV se encuentran registrados en las tablas 6 y 7.

Tabla 6.

%CV para flúor

Muestra	Promedio	Desviación	%cv
50 ppm estándar	50.684	1.578	3.113
100 ppm estándar	102.381	4.216	4.118
250 ppm estándar	258.151	3.079	1.193

Tabla 7.

%CV para yodo

MUESTRA	Promedio	Desviación	%CV
50 ppm estándar	50.524	1.309	2.590
100 ppm estándar	101.431	2.003	1.975
250 ppm estándar	252.384	2.882	1.142

Los %CV están dentro del rango de aceptación $< 10\%$, para métodos de ion específico (Aguilar, 2001).

5. Análisis de muestras de sal de consumo humano

Se seleccionaron 20 muestras de sal las cuales fueron recogidas por parte del área de salud ambiental en diferentes poblaciones del departamento de Santander. Los análisis se desarrollaron siguiendo el método de ion selectivo (Velasquez, 1997) descrito anteriormente, a una temperatura ambiente de 22°C y una presión de 680mmHg (Bucaramanga). Los resultados promedios de las mediciones se encuentran en el anexo J. Los datos obtenidos fueron sometidos a un análisis de varianza (ANOVA) de un solo factor (marca de sal), utilizando el programa IBM SPSS statistics 25 (versión de prueba) y se obtuvieron valores de F para cada grupo de datos con un nivel de confianza del 95 %, datos que se encuentran en la tabla 8.

Tabla 8.

Prueba ANOVA

Variable	Media cuadrática	Gl	Valor F	sig.
flúor	4589.087	6	4.995	0.007
yodo	258.02	6	12544.000	0.000

El valor de significancia es menor que el propuesto (0.05), además el valor de F calculado es mayor al crítico, lo que indica que los niveles de flúor en cada grupo de marcas de sales difieren entre sí.

A continuación, en las tablas 9 y 10 se agrupan los datos estadísticos por marcas:

Tabla 9.

Datos descriptivos por marcas (yodo)

Marca	N	Media	Desv. Desviación	Desv. Error	95% del intervalo de confianza para la media		Mínimo	Máximo
					Límite inferior	Límite superior		
1	5	63.452	5.840	2.612	56.200	70.704	55.580	69.540
2	6	58.517	1.653	0.675	56.782	60.251	55.750	60.900
3	2	58.755	5.706	4.035	7.485	110.025	54.720	62.790
4	3	59.193	5.007	2.891	46.755	71.632	54.790	64.640
5	2	78.730	5.897	4.170	25.745	131.715	74.560	82.900
6	1	40.380					40.380	40.380
7	1	40.380					40.380	40.380
Total	20	60.084	9.779	2.187	55.507	64.660	40.380	82.900

Se observa que el promedio de la concentración de yodo en las muestras analizadas está en 60.084 ± 9.779 ppm, con un valor mínimo de 40.380 ppm alcanzado por la muestra de sal de marca número 7 y un valor máximo de 82.9 ± 5.897 ppm registrado por la marca de sal número 5.

Tabla 10.

Datos descriptivos por marcas (flúor)

Marca	N	Media	Desv. Desviación	Desv. Error	95% del intervalo de confianza para la media		Mínimo	Máximo
					Límite inferior	Límite superior		
1	5	207.013	52.500	23.479	141.825	272.201	137.900	268.200
2	6	176.072	10.821	4.418	164.716	187.427	164.020	190.000
3	2	125.138	6.346	4.488	68.118	182.157	120.650	129.625
4	3	186.526	11.493	6.636	157.975	215.077	174.287	197.090
5	2	261.153	5.300	3.748	213.536	308.769	257.405	264.900
6	1	244.440					244.440	244.440
7	1	131.830					131.830	131.830
Total	20	189.996	45.583	10.193	168.663	211.329	120.650	268.200

El promedio de concentración de flúor está en 188.996 ± 45.583 ppm, siendo el valor más bajo 120.650 ± 6.346 ppm registrado por una de las muestras de la marca número 3, y el más alto fue 268.200 ± 52.5 ppm de la marca número 1.

Los resultados también se expresaron por medio de diagramas de caja y bigotes en las figuras 5 y 6.

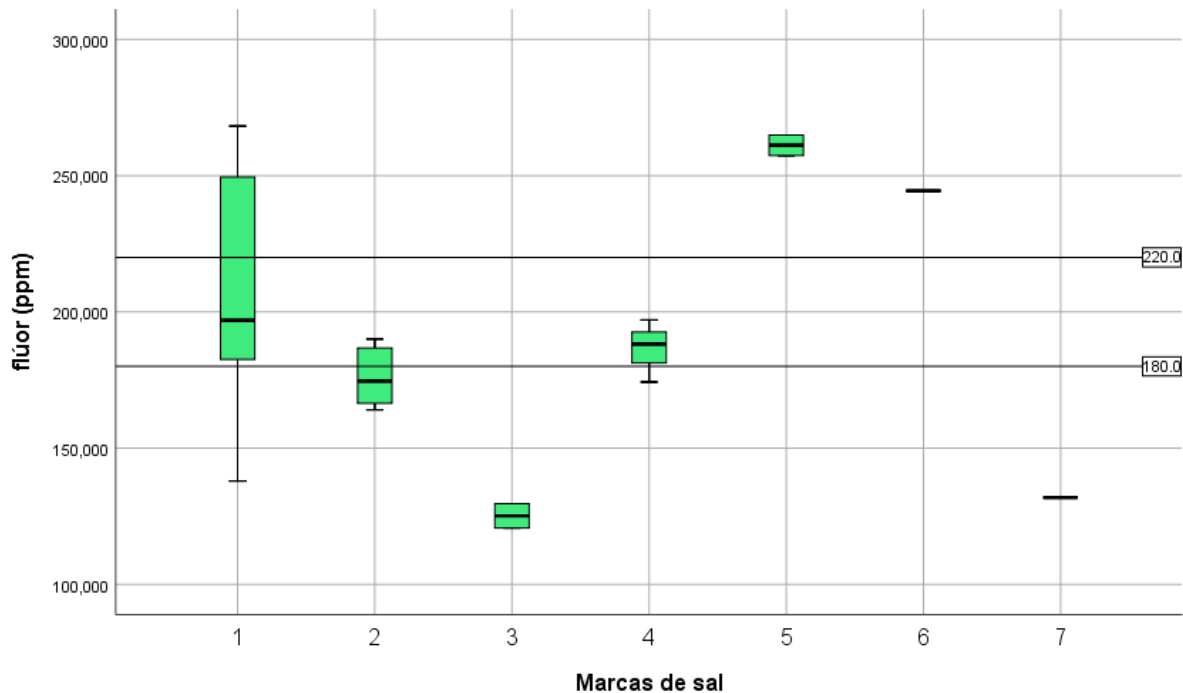


Figura 5. Diagrama de caja y bigotes para flúor

Del diagrama anterior se infiere que la mayoría de las sales se encuentran por debajo del cuartil 3 (250ppm) de la marca de sal número 1, en concentración de flúor, sin embargo, solo el 30% de las muestras se encuentra dentro de las líneas horizontales de referencia (180 ppm – 220 ppm) definidas por ley.

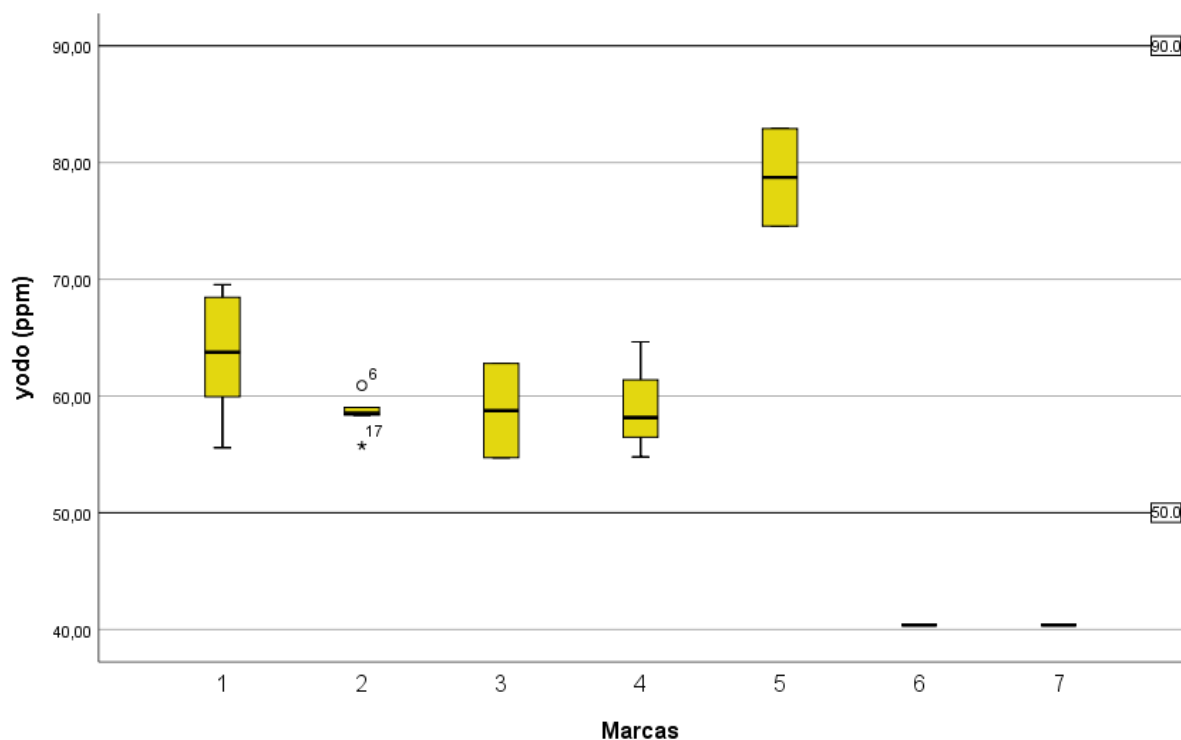


Figura 6. Diagrama de caja y bigotes para yodo

En el diagrama de la figura 6 es evidente que el 90% de los datos se encuentran dentro de la línea de referencia correspondientes al rango de ley (50ppm -100ppm) en concentración de yodo. Existen dos valores atípicos dentro de las muestras de la marca número 2, pero aun así se cumple con lo dispuesto en el decreto (547 de 1996). Dos marcas de sales no cumplieron con este parámetro, ya que estaban por debajo de las 50 ppm en concentración de yodo.

5.1 Cumplimiento del decreto 547 de 1996 de la república de Colombia

Mediante el análisis de las 20 muestras seleccionadas se constató el cumplimiento o no, de los parámetros dispuestos por ley, y se registran en la tabla 13.

Tabla 11.

Cumplimiento de los parámetros flúor y yodo

# (Marca)	Localidad	Conc F	Conc I
1	Jesús María	N	S
	Ocamonte	N	S
	Cabrera	S	S
	Páramo	N	S
	Florián	S	S
	Socorro	S	S
2	Los santos	N	S
	San Gil	S	S
	Capitanejo	N	S
	Bucaramanga	N	S
3	Málaga	N	S
	Gámbita	N	S
	San miguel	N	S
4	San Andrés	S	S
	Molagavita	N	S
	Concepción	S	S
5	Macaravita	N	S
	Chipatá	N	S
6	Charta	N	N
7	Rio Negro	N	N

S=si cumple y N=no cumple.

De la tabla 15 es evidente que 14 muestras de sal no cumplen con la concentración de flúor (180-220ppm) establecida por el decreto, en cambio, en cuanto a yodo 18 muestras cumplen con el requisito de concentración (50 ppm-100 ppm).

6. Conclusiones

Tras la realización del proyecto se puede concluir que el promedio de concentración de flúor de las muestras analizadas fue de 188.996 ppm, valor que está dentro de los niveles reglamentados (180 ppm – 220 ppm), y el valor promedio de la concentración de yodo fue de 60.084, valor que está dentro de los niveles reglamentados (50 ppm – 100 ppm), el porcentaje de rechazo para el cumplimiento de los niveles de flúor o yodo establecidos por el decreto 547 de 1996 fue del 40%.

Se comprobó que el método de ion selectivo para yodo y flúor, implementado por el LDSP cumple con los criterios de linealidad, precisión y exactitud, según la guía para la validación de métodos de EURACHEM, lo cual nos garantiza la eficacia de implementar el método para el equipo titrando 905 (Metrohm. Suiza) en el LDSP de Santander.

Se aplicó correctamente el método de ion selectivo al análisis de las 20 muestras seleccionadas, para el estudio de la calidad de sal de consumo humano, donde se evaluó el cumplimiento del decreto 547 de 1996 (Colombia) referente a los parámetros fisicoquímicos flúor (180 ppm-220 pm) y yodo (50 ppm-100 ppm) para cada una de ellas.

7. Recomendaciones:

Poner en funcionamiento los dosinos del equipo metrohm 905 (Metrohm, Suiza) para garantizar una mayor exactitud en la dosificación de la solución potenciadora de iones.

Tratar de ubicar mejor el equipo para evitar variaciones en la temperatura ya que el equipo es muy sensible a este parámetro.

Al aplicar el método de ion selectivo, se debe tener cuidado de trabajar con la pendiente del electrodo entre un rango de 54 a 58 mV, ya que fuera de ellos no se obtienen resultados confiables.

Referencias Bibliográficas

- Aguilar , P. (2001). Validación del método potenciométrico por ion selectivo para la determinación de fluor en sal , agua y orina. *Medicina experimental*, 1. Obtenido de http://sisbib.unmsm.edu.pe/BVRevistas/Medicina_Experimental/v18_n1-2/validacion_metodo.htm
- BLAUBRAND. (Marzo de 2015). *Instrucciones de calibrado SOP(115597861)*, 3. Wertheim, Alemania.
- EURACHEM. (2016). Guia de laboratorio para la validación de métodos analíticos . En *La adecuación al uso de los métodos analíticos* (Segunda edición ed., pág. 12). Eurolab.
- Gobernacion de santander. (2017). *Funciones de la secretaría de Salud*. Recuperado el Marzo de 2019, de Secretaria de Salud: <http://www.santander.gov.co/index.php/secretaria-salud/itemlist/category/14-secretaria-de-salud>
- INVIMA. (2018). Notificación por aviso No 2018000424. *Proceso sancionatorio*. Bogotá. Obtenido de <file:///C:/Users/ASUS/Downloads/PROCESO%20201602857%20NOTIFICACION%20POR%20AVISO%20NO.2018000424%2013-03-2018%20FECHA%20DE%20PUBLICACION%2014-03-2018.pdf>
- L.D.S.P, L. (2018). Guía de análisis fisicoquímico de sal para consumo humano. *Método de electrodo de ion específico para determinar flúor y yodo*, 1-38. (L. Rivero Osorio, Ed.) Bucaramanga.
- LDSP. (2018). *Manual del procedimiento para realizar el proceso de validación y control de calidad de métodos analíticos*. Laboratorio departamental de salud pública, Bucaramanga.

- Martinez, R. (Febrero de 2008). Departamento de Química. *Titulación potenciometrica*, 1-3. Puerto Rico. Obtenido de [http://www.uprh.edu/~royola/index_htm_files/\[7\]_Titulacion_Potenciometrica.pdf](http://www.uprh.edu/~royola/index_htm_files/[7]_Titulacion_Potenciometrica.pdf)
- Mendez, C. (Diciembre de 2016). Caracterización físico química e implementación analítica de un método por cromatografía líquida para evaluar la calidad de mieles en el nor oriente colombiano. (*Tesis de pregrado*). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga.
- Mendieta, J. (2012). *Actividades y resultado del laboratorio de salud pública departamental*. Informe epidemiológico, Santander, Bucaramanga. Obtenido de <http://web.observatorio.co/book/informe-epidemiologico-de-santander-ano-vi-numero-1-2012/>
- Ministerio de salud. (19 de Marzo de 1996). Diario oficial No 42.748. *Decreto 547 de 1996*. Bogotá, Colombia.
- Ministerio de salud. (Abril de 2015). Verificación del contenido de yodo y flúor en sal para el consumo humano. (*Proyecto de salud pública*). Dirección de alimentos y bebidas, Bogotá.
- MINSALUD. (Febrero de 2016). Estudio técnico epidemiología. *Perspectiva del uso del flúor vs caries y fluorosis dental en Colombia*, 3, 15. Bogotá.
- Murillo, C. (2016). Caracterización físico química e implementación analítica de un método por cromatografía líquida. (*Tesis de pregrado*). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga.
- Rangel Prada, J. C. (Diciembre de 2005). Validación de método potenciométrico de ion selectivo para la determinación de fluor y yodo en sal de consumo humano. (*Tesis de pregrado*). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga.
- Vargas, H., Sierra, C., Torres, L., & Betancourt, C. (2012). Trastornos asociados a la deficiencia de yodo. (*Tesis de pregrado*). Universidad del Cauca, Popayán.
- Velasquez, N. (1997). Manual de técnicas analíticas utilizadas en el control de calidad de la sal para consumo humano. Bogotá: Unicef.

Apéndices

Apéndice A. Valores experimentales de volumen en la verificación de los balones aforados

# balón	V experimental (ml)	V nominal (ml)	Error (ml)
1	100.07	100	0.07
2	100.34	100	0.34
3	99.88	100	0.12
4	99.88	100	0.12
5	99.92	100	0.08
6	99.85	100	0.15
7	100.04	100	0.04
8	99.87	100	0.13
9	99.94	100	0.06
10	99.89	100	0.11
11	100.26	100	0.26
12	99.97	100	0.03
13	99.76	100	0.24
14	99.88	100	0.12
15	100.01	100	0.01
16	99.92	100	0.08
17	100.05	100	0.05
18	99.89	100	0.11
19	99.92	100	0.08
20	99.76	100	0.24
21	99.82	100	0.18
22	99.84	100	0.16
23	99.96	100	0.04
24	99.90	100	0.10
25	99.87	100	0.13
26	100.18	100	0.18
27	100.19	100	0.19
28	100.14	100	0.14
29	100.15	100	0.15
30	100.13	100	0.13

Apéndice B. Valores experimentales de los volúmenes de las pipetas aforadas.

# pipeta	V _{experimental} (ml)	V _{nominal} (ml)	Error (ml)
1	10.0009679	10	0.000968
2	10.01220923	10	0.012209
3	10.02529065	10	0.025291
4	10.00237306	10	0.002373
5	10.00264071	10	0.002641
6	9.977916484	10	0.022084
7	9.976912794	10	0.023087
8	9.975139609	10	0.02486

Apéndice C. Puntos promedio de las tres curvas de calibración para Flúor

Estándar	Conc (ppm)	Log Conc	U (mV)	Desviación estándar
Blanco	0.001	-3.000	135.800	5.303
1	0.200	-0.699	74.500	4.313
2	0.500	-0.301	53.900	4.419
3	1.000	0.000	36.200	8.838
4	2.000	0.301	20.500	2.264
5	2.500	0.398	13.200	3.252
6	3.000	0.477	8.500	1.626
7	5.000	0.699	-4.800	1.979
8	10.000	1.000	-22.900	4.596

Apéndice D. Puntos promedio de las tres curvas de calibración para Yodo

Estándar	Conc (ppm)	Log Conc	U (mV)	Desviación estándar
Blanco	0.001	-3.000	87.600	4.100
1	0.200	-0.699	-16.400	0.353
2	0.500	-0.301	-40.200	0.070
3	1.000	0.000	-58.100	0.000
4	2.000	0.301	-75.600	0.353
5	2.500	0.398	-80.500	11.240
6	3.000	0.477	-85.000	0.910
7	5.000	0.699	-98.500	1.060
8	10.000	1.000	-115.200	10.600

Apéndice E. Resultados de las mediciones de muestras fortificadas durante 7 días para exactitud (Flúor)

MUESTRA	día 1	día 2	día 3	día 4	día 5	día 6	día 7
Fortificación de 112(KF) ppm a partir de muestra de 206 ppm (sal)	306.450	307.220	315.280	298.560	280.260	304.560	292.420
Fortificación de 207(KF) ppm a partir de muestra de 206 ppm (sal)	396.870	388.450	394.100	384.280	391.400	391.430	387.280
Fortificación de 294(KF) ppm a partir de muestra de 206 ppm (sal)	486.930	484.450	495.440	488.570	490.810	480.540	485.460

Apéndice F. lecturas de las muestras fortificadas durante 7 días para exactitud (Yodo)

MUESTRA	día 1	día 2	día 3	día 4	día 5	día 6	día 7
Fortificación de 140 ppm (KF) a partir de muestra de 78 ppm (sal)	168.62	196.27	205.48	190.86	200.45	188.26	176.24
Fortificación de 207 ppm (KF) a partir de muestra de 78 ppm (sal)	250.76	267.79	280.46	275.43	268.71	258.86	290.41
Fortificación de 305 ppm (KF) a partir de muestra 78 ppm (sal)	334.72	340.87	325.49	338.43	350.68	345.46	365.15

Apéndice G. Lecturas de los estándares en 7 días para calcular precisión (Flúor)

MUESTRA	día 1	día 2	día 3	día 4	día 5	día 6	día 7
50ppm estándar	50.810	50.840	48.930	48.620	52.250	50.350	53.250
100 ppm estándar	100.520	102.570	109.250	98.680	103.580	96.720	105.350
250ppm estándar	255.020	257.370	256.230	264.080	258.230	256.350	260.010

Apéndice H. Lectura de estándares durante 7 días para precisión (yodo)

MUESTRA	día 1	día 2	día 3	día 4	día 5	día 6	día 7
50ppm estándar	52.35	50.46	48.31	50.75	51.76	50.08	50
100 ppm estándar	100.86	102.48	98.54	104.73	100.75	102.54	100.12
250ppm estándar	254.45	257.73	250.48	252.34	249.16	250.78	251.75

Apéndice I. Lecturas de las concentraciones de I y F de las 20 muestras seleccionadas.

Localidad	# (Marca)	Conc F	Conc I
Jesús María	1	137.900	59.940
Socorro	2	190.000	59.030
Gámbita	3	120.650	62.790
San miguel	3	129.625	54.720
San Andrés	4	188.200	58,15
los santos	2	166.460	60.900
Macaravita	5	264.900	82.900
Chipatá	5	257.405	74.560
San Gil	2	186.730	58.370
Ocamonte	1	268.200	69.540
Cabrera	1	182.560	68.450
Páramo	1	249.495	55.580
Florián	1	196.910	63.750
Molagavita	4	174.287	54.790
Capitanejo	2	178.850	58.380
Charta	6	244.440	40.380
Bucaramanga	2	170.370	55.750
Málaga	2	164.020	58.670
Río Negro	7	131.830	40.380
Concepción	4	197.090	64.640