

Detección de aniones inorgánicos en sales comerciales mediante métodos analíticos

Detection of inorganic anions in commercial salts by analytical methods

Luis M. Ballesteros-Pérez

Universidad Rafael Urdaneta, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Maracaibo-Venezuela

 <https://orcid.org/0009-0006-7469-9004> | Correo electrónico: luisballespe@gmail.com

Edwin A. Montilla-Uzcategui

Universidad Rafael Urdaneta, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Maracaibo-Venezuela

 <https://orcid.org/0009-0005-1025-253X> | Correo electrónico: edwinmontilla.ur@gmail.com

Arelis J. Arrieta

Universidad Rafael Urdaneta, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Maracaibo-Venezuela

 <https://orcid.org/0009-0007-9541-6963> | Correo electrónico: ingarelisarrieta@gmail.com

Recibido: 15-09-2023 Admisión: 03-12-2023 Aceptado: 07-02-2024

Resumen

La sal de consumo humano debe tener como aditivo un máximo de 6000ppm (0,6%) de Sulfato, por otra parte, también la sal debe tener como aditivo entre 200 y 220 ppm (0,021% – 0,022%) de Flúor, según la Norma COVENIN 1791-2019, aunque existen reportes previos que reflejan el incumplimiento de esta norma. Por lo cual, el objetivo de este estudio fue monitorear el contenido de Flúor y Sulfato de tres marcas de sales comerciales de la ciudad de Maracaibo, para poder comprobar el cumplimiento de dicha norma. Esta determinación se realizó empleando los métodos analíticos: espectrofotometría UV-VIS, volumetría y gravimetría. Donde se comprobó que las muestras de sal comercial evaluadas por espectrofotometría UV-VIS presentan valores aceptables para Sulfatos; mientras que, el contenido de Flúor es menor al mínimo exigido por la normativa, registrando la mayor concentración para ambos aniones en la sal “Esmeralda”, siendo 16,129 mg/Kg para Flúor y 0,0242% para Sulfatos.

Palabras clave: Sal comestible, Métodos analíticos, Sulfatos, Flúor, Espectrofotometría UV-VIS.

Abstract

Salt must have a maximum of 6000ppm (0,6%) of Sulfate to be suitable for human consumption. On the other hand, salt must also have between 200 and 220 ppm (0,021% - 0,022%) of Fluoride, according to the COVENIN Standard 1791-2019. There are reports, which show the non-compliance with this standard. That is why, the objective of this study was to determine the Fluoride and Sulfate content of three salt brands for sale in Maracaibo, in order to verify the compliance with such said standard. This study was carried out through analytic methods, such as UV-VIS spectrophotometry, volumetry and gravimetry. where it is verified that the commercial salt samples evaluated by UV-VIS spectrophotometry present acceptable values for Sulfates, whereas the Fluorine content is less than the minimum required by the regulations, registering the highest concentration for both anions in the “Esmeralda” salt., being 16,129 mg/Kg for Fluoride and 0,0242% for Sulfates.

Keywords: Edible salt, Analytical methods, Sulfates, Fluorides, UV-visible spectrophotometry.

Introducción

Para Díaz [1] la sal es la única roca mineral comestible por el hombre y es posiblemente el condimento más antiguo empleado por el ser humano, su importancia para la vida es tal que ha marcado el desarrollo de la historia en muchas ocasiones, moviendo las economías, siendo objeto de impuestos, monopolios, guerras, entre otros; pudiendo llegar a ser un tipo de moneda. El valor que tuvo en la antigüedad ha dejado de ser tal en

la actualidad debido a la mejora en su producción, además de la conciencia mundial que ha generado la posible relación que posee con la aparición de la hipertensión. En el siglo XXI, las dietas procuran incluir menos sal en sus composiciones, y los nuevos sistemas de conservación (pasteurizados, refrigerados y congelados, alimentos envasados al vacío, entre otros) permiten evitar por completo el empleo de la salazón sobre los alimentos. La sal es un condimento barato y fácilmente asequible en cualquier tienda o supermercado. El consumidor la encuentra en tres formatos: fina, gorda o en forma de copos (esta última se suele dedicar a la alta cocina). Se comercializa también dos tipos: como sal refinada, la más habitual, en forma de cristales homogéneos y blancos, y como sal sin refinar, cuyos cristales pueden ser más irregulares y menos blancos.

Según lo establece Hernández [2], la sal es uno de los ingredientes fundamentales de la gastronomía, el principal responsable de que los alimentos nos resulten salados. Este mineral se ha convertido en el condimento, conservable o elemento de cocción más usado en el mundo, indispensable y necesario para la vida del ser humano.

La sal comestible debe contener aniones inorgánicos en cantidades trazas, entre los cuales se encuentran el Flúor y el Sulfato, los cuales son esenciales para nuestra salud [3]. Esta investigación se centra en la determinación de Sulfatos y Flúor los cuales producen efectos benéficos como lo son el efecto antioxidante, propiedades neuro y cardioprotectoras, efecto anticonvulsivante y la prevención de las caries.

El flúor es un mineral esencial para el correcto funcionamiento del cuerpo, en particular, para la salud dental y ósea. Se absorbe con facilidad en el tracto digestivo y se elimina fundamentalmente por vía urinaria. Sin embargo, en cantidades excesivas puede resultar contraproducente provocando desgaste óseo y fluorosis [4].

El sulfato es la sal formada al combinar el ácido sulfúrico y otra base. El sulfato se obtiene al reaccionar el ácido sulfúrico con metales, sus carbonatos e hidróxidos. Asimismo, también se obtiene al oxidar un sulfuro. Los alimentos con alto contenido de sulfatos tienen un sabor amargo rechazable inmediatamente por los consumidores. En el organismo humano provocan como efecto secundario deshidratación, la cual es muy común después de una ingestión de más de cinco gramos al día de dichas sales, producto de un cuadro diarreico, el cual es más crítico en niños y adultos mayores. [5].

En Venezuela, se cuenta con la Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN), la cual fue creada en 1958, y se desempeña como el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de normalización y calidad en el país. Debido al delicado balance que debe predominar en la concentración de estos aniones en el cuerpo, COVENIN especifica en sus normas COVENIN 3164-1995 [6] y COVENIN 2189-84 [7] las concentraciones permitidas de Flúor y Sulfato.

En el estado Zulia, en años anteriores Maldonado [8] demostró, utilizando un método de volumetría tradicional, que el contenido de algunos aniones inorgánicos presentes en la sal que expenden diferentes empresas, es menor a los especificados por las normas COVENIN.

Existen reportes donde queda en evidencia la concentración insuficiente de los aniones inorgánicos presentes en las sales de los comercios de la ciudad de Maracaibo, estado Zulia. Por ello esta investigación se centra en realizar un monitoreo de diferentes marcas de sales comerciales disponibles en expendios del estado Zulia, para analizarlas a través de distintos métodos como lo son: el volumétrico, el gravimétrico y el de espectrofotometría ultravioleta-visible, para determinar los aniones Flúor y Sulfato presentes, y así poder comparar los rendimientos de los métodos empleados; además de poder verificar que estas concentraciones están cumpliendo con los lineamientos de la norma COVENIN 179-1:2019 [3].

En el marco de estas consideraciones se desarrolló el presente trabajo con el objetivo de detectar los aniones inorgánicos Flúor y Sulfatos en las sales comerciales empleando métodos analíticos.

Materiales y Métodos

Se realizó un estudio de carácter descriptivo de manera independiente, aplicando un método no experimental, transeccional cuantitativo, donde se tuvo como unidades de análisis las diferentes muestras de

sales comerciales seleccionadas, las cuales fueron identificadas como: Sal 1 (Cruz de oro), Sal 2 (Esmeralda) y Sal 3 (Corona).

Se seleccionaron como muestra tres marcas de sales disponibles en los expendios de alimentos de la ciudad de Maracaibo, estado Zulia. Los análisis se llevaron a cabo en el Laboratorio de Química de Alimentos de la Facultad Experimental de Ciencias de la Universidad del Zulia y en el Laboratorio de Química General de la Universidad Rafael Urdaneta, en la ciudad de Maracaibo.

Esta investigación se realizó en cuatro fases, las cuales se exponen a continuación:

Fase 1: Determinación de la concentración de Flúor a través de un método volumétrico según norma COVENIN 3164-1995 [6].

Para estimar la concentración de Flúor, se realizó un análisis volumétrico utilizando nitrato de torio, para el cual se pesaron 5 g de sal en un balón aforado de 200 mL, se disolvió y se llevó al volumen con agua destilada. Se tomó una alícuota de 10 mL de la solución en un Erlenmeyer de 250 mL y se agregó 1 mL de indicador de alizarina, y se mezcló bien. Se agregaron 2 mL de ácido clorhídrico 0,05 N. Se mezcló y tituló con la solución de nitrato de torio hasta que la solución cambió a un color rosado. Se anotaron los mililitros de nitrato de torio empleados en la muestra.

Posteriormente se realizó una prueba en blanco tomando 10 mL de agua destilada en vez de los 10 mL de muestra, y la misma cantidad de nitrato de torio utilizado en la titulación de la muestra, y 1 mL de indicador de alizarina. Se tituló con una solución de fluoruro de sodio de 10 ppm, hasta que el color de esta solución se igualó con el color de la muestra (titulación por retroceso). A la hora de hacer la comparación de color entre el blanco y la muestra, se debió hacer además una igualación de volúmenes y permitir que las burbujas de aire salgan antes de hacer la comparación del color final. Se chequeó el punto final de la titulación agregando 1 o 2 gotas más de solución de fluoruro de sodio al blanco. El contenido de flúor de la muestra es equivalente a la cantidad de fluoruro de sodio agregado al blanco.

El contenido de fluoruro en la muestra se obtiene de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$A = V \times 40 \quad (\text{Ec. 1})$$

Donde:

A = mg de fluoruro por kg de sal.

V = mL de fluoruro de sodio gastados en el blanco.

Fase 2: Determinación la concentración de Sulfato a través de un método gravimétrico según norma COVENIN 2189-84 [7].

Para estimar la concentración de Sulfatos, se realizó un análisis gravimétrico. Este se basa en que el sulfato precipita en un medio ácido, como sulfato de bario al agregar cloruro de bario. El procedimiento a seguir para la determinación de Sulfatos, es el siguiente:

Para la precipitación de sulfato de bario, se tomó un volumen de muestra de 250 mL o una porción diluida a 250 mL, tal que contenga aproximadamente 50 mg del ión sulfato.

Se ajustó la acidez de la muestra con ácido clorhídrico, a un pH entre 4,5 a 5,0, usando un potenciómetro o el color naranja del indicador rojo de metilo. Luego, adicionalmente se añadieron de 1 a 2 mL de solución de ácido clorhídrico (1+1).

Se calentó la solución a ebullición y mientras se agitó suavemente, se añadió lentamente la solución de cloruro de bario tibia, hasta que la precipitación fue completa. Luego se añadieron alrededor de 2 mL de exceso. Cuando la cantidad de precipitado fue pequeña, se añadió un total de 5 mL de la solución de cloruro de bario. Se dejó digerir el precipitado a 80 – 90 °C por no menos de 2 horas.

Se mezcló una pequeña cantidad de pulpa de papel de filtro sin cenizas con el sulfato de bario (BaSO_4) y se filtró a temperatura ambiente. La pulpa ayudó a la filtración y redujo la tendencia del precipitado a deslizarse.

Se enjuagó el precipitado con pequeñas porciones de agua destilada tibia. Se secó el filtro y el precipitado, y se incineró a 800°C por 1 hora. No debe dejarse inflamar el papel de filtro. Se enfrió en un desecador y se pesó.

El contenido de sulfato en la muestra, se expresó en miligramos por litro, y se calculó según la siguiente expresión:

$$mg\text{SO}_4/L = \frac{mg\text{SO}_4 \times 1000}{mL\text{ muestra}} \quad (\text{Ec. 2})$$

Fase 3: Construcción de las curvas de calibración para la determinación de Flúor y Sulfatos.

Para construir la curva de calibración para Flúor, se siguió el método del SFADNS [9]. Para esto se necesitaron de los siguientes equipos y reactivos:

- Primeramente, se prepararon las soluciones que se iban a emplearse para construir las curvas de calibración:

Solución patrón de fluoruro.

Solución de SFADNS.

Reactivo zirconil – ácido.

Solución de referencia.

Se prepararon patrones de fluoruro en la gama de 0 a 1,40 mg F/L, diluyendo cantidades apropiadas de solución patrón de fluoruro a 50 mL con agua destilada. Se llevaron con la pipeta 5,00 mL de solución SFADNS y 5,00 mL de reactivo zirconilo – ácido, a cada patrón y se mezclaron bien. Se ajustó el espectrofotómetro de absorbancia a cero con la solución de referencia y se obtuvieron las lecturas de absorbancia de los patrones. Se trazó una curva relacionando los miligramos de fluoruro con la absorbancia. Se preparó una curva nueva cada vez que se preparó un nuevo reactivo o se deseó una temperatura estándar distinta.

- Para construir la curva de calibración para Sulfatos, se necesitaron de los siguientes reactivos:

Ácido sulfúrico 0,1 N.

Carbonato de sodio, 0,05 N.

Solución patrón de sulfato (0,1 mg SO_4 /mL).

Para preparar la solución patrón de ácido sulfúrico 0,1 N, se diluyeron 3,0 ml de ácido sulfúrico concentrado a un litro, con agua destilada, se valoró la solución titulando con un potenciómetro 40,0 mL de la solución de carbonato de sodio 0,05 N, en alrededor 60 mL de agua destilada hasta pH 5,0 aproximadamente, con la solución de ácido. Se sacaron los electrodos y se enjuagaron, recogiendo esa agua dentro del vaso de precipitados. Se llevó esa mezcla a ebullición suave de 3 a 5 min, cubriéndola con un vidrio de reloj. Se enfrió a temperatura ambiente, se enjuagó el vidrio de reloj, recogiendo esa agua de lavado dentro del vaso de precipitados y se terminó la titulación hasta el pH del punto de inflexión. Se calculó la normalidad de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$N = \frac{Ax B}{53,0xC} \quad (\text{Ec. 3})$$

Donde:

A = gramos de Na_2CO_3 , pesados en 1 L.

B = mililitros de solución de Na_2CO_3 utilizados en la titulación.

C = mililitros de ácido, utilizados.

Esta normalidad debe utilizarse en los cálculos, o debe ajustarse la concentración de la solución a 0,10 N exactamente. (1 mL de solución 0,10 N = 5 mg de CaCO_3).

Para preparar la solución patrón de ácido sulfúrico 0,02 N, se diluyeron 200 mL de solución patrón de ácido sulfúrico 0,10 N a 1 L con agua destilada. Se valoró por titulación potenciométrica de 15,00 mL de solución de carbonato de sodio 0,05 N de acuerdo al procedimiento descrito anteriormente en la preparación del patrón anterior (1 mL de solución 0,02 N = 1,00 mg CaCO_3).

Para la preparación de la solución patrón de sulfato (0,1 mg SO_4/mL), se puede hacer de dos maneras distintas:

Se diluyen 10,41 mL de solución patrón de ácido sulfúrico 0,02 N a 100 mL con agua destilada.

Se disuelven 147,9 mg de sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4) en agua destilada y se diluye a 1 litro.

A partir de la solución patrón de sulfato, se prepararon patrones en un rango de concentración entre 0 y 40 mg/L de sulfato a incrementos de 5 mg/L. Para concentraciones mayores de 40 mg/L la precisión del método disminuye y las suspensiones de sulfato de bario pierden estabilidad.

Para preparar los patrones, se transfirieron 0,5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 y 40 mL de la solución patrón, a matraces aforados de 100 mL y se diluyeron a volumen con agua destilada. Se les siguió el mismo procedimiento que a la muestra. Con el patrón de concentración cero se llevó el espectrofotómetro al 100% de transmitancia. Con los valores de las lecturas de transmitancia para cada patrón la concentración correspondiente, se construyó la curva de calibración.

Debió verificarse la confiabilidad de la curva de calibración corriendo un patrón con cada tres o cuatro muestras desconocidas.

Fase 4. Detección de las concentraciones de Flúor y Sulfato en muestras de sales comerciales empleando un método de espectrofotometría ultravioleta-visible.

Una vez construidas las curvas de calibración se procedió a realizar el estudio de los aniones en cuestión a través de un método de espectrofotometría ultravioleta.

- Para realizar la determinación de la concentración de Flúor, se siguió el método del SFADNS [9]:

Una vez construida la curva de calibración en el equipo, se tuvo que realizar un tratamiento preliminar de la muestra, ya que, si esta contiene cloro residual, se debe eliminar por adición de 1 gota (0,05 mL) de solución de NaAsO_2 /0,1 mg de cloro residual y mezclando.

Para el desarrollo del color, se usó una muestra de 50,0 mL o una porción diluida a 50 mL con agua destilada. Se ajustó la temperatura a la utilizada para la curva patrón. Se añadieron 5,00 mL de reactivo zircolino – ácido, se mezcló bien y se leyó la absorbancia, ajustando primero el punto de referencia del espectrofotómetro, como antes. Si la absorbancia queda fuera del rango de la curva patrón, se debe repetir la lectura con una muestra diluida.

Se realizó el cálculo de la concentración de Flúor, con la siguiente ecuación:

$$\text{mg } F^- / L = \frac{A}{\text{mL muestra}} \times \frac{B}{C}$$

(Ec. 4)

Donde:

A = $\mu\text{g F}$ - determinado a partir de la curva trazada.

B = volumen final de muestra diluida, mL.

C = volumen de muestra diluida utilizada para desarrollar el color, mL.

- El procedimiento para la determinación de Sulfatos es el siguiente (método COVENIN 2189-84) [9]:

Para la formación de turbiedad de sulfato de bario, se debieron medir 100 mL de muestra o una porción apropiada diluida a 100 mL como se indica:

Tabla 1. Contenido de sulfato en volumen de muestra

Contenido de sulfato estimado (mg/L)	Volumen de muestra (mL)
0 – 40	100
41 – 80	50
81 – 160	25
161 – 400	10
401 – 800	5

Se transfirió la muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 mL. A la vez se tomaron 100 mL de agua destilada y se siguió el mismo procedimiento que a la muestra.

Se añadieron exactamente 5,00 mL del reactivo acondicionador, y se mezcló en el aparato de agitación. Mientras se agitaba, se añadió a la solución una cucharada de cristales de cloruro de bario e inmediatamente se comenzó a cortar el tiempo. Se agitó por espacio de 1 min exactamente a velocidad constante.

Para la medición de la turbiedad del sulfato de bario, inmediatamente después que el periodo de agitación finalizó, se vertió algo de la solución en la celda de absorción del espectrofotómetro y se midió la turbiedad a intervalos de 30 segundos durante 4 minutos. Debido a que la turbiedad máxima generalmente ocurre dentro de los primeros minutos y las lecturas permanecen constantes, después de 3 minutos y hasta 10 minutos, se consideró la turbiedad como la máxima lectura obtenida en el intervalo de 4 minutos.

El valor de la concentración de sulfato, se obtuvo a partir de la curva de calibración con el valor de turbiedad correspondiente y en caso de interferencia por color o turbiedad se procede según las correcciones.

Para las correcciones en el caso de muestras que presenten color y turbiedad, debe correrse junto con la muestra, un blanco de la misma, siguiéndose a ambos el mismo procedimiento, pero sin añadirle el cloruro de bario al blanco. Al momento de realizar las lecturas se puede hacer lo siguiente:

- Se calibra el 100% de transmitancia con el blanco de la muestra y se lee el porcentaje de transmitancia de la muestra con referencia al blanco; o
- Se calibra el 100% de transmitancia con el blanco de los reactivos (agua destilada + reactivos) y se lee el porcentaje de transmitancia del blanco de la muestra y la muestra. Luego, a partir de la curva de la calibración y con los datos de porcentaje de transmitancia, se determinan las concentraciones correspondientes y se restan.

Los resultados del contenido de sulfato en la muestra, se expresaron en miligramos por litro y se calcularon según la siguiente expresión:

$$\text{mg SO}_4 / \text{L} = \frac{\text{mg SO}_4 \times 1000}{\text{mL muestra}} \quad (\text{Ec. 5})$$

Resultados

Determinación la concentración de Flúor a través de un método volumétrico según norma COVENIN 3164-1995 [6].

Se realizó la determinación de Flúor en las muestras de sales por el método de volumetría, siguiendo la metodología establecida previamente.

Se presentan los mililitros de Nitrato de Torio gastados como se muestra en la Tabla 2.

Tabla 2. Volumen de Nitrato de Torio gastado

Tipo de análisis	Número de muestra	Sal 1 (Cruz de Oro)	Sal 2 (Esmeralda)	Sal 3 (Corona)
Nitrato de Torio consumido (mL)	1	14,50	14,50	15,50
	2	16,30	10,30	15,40

Con respecto al volumen de Fluoruro gastado se obtuvieron los resultados que se aprecian en la Tabla 3:

Tabla 3. Volumen de Fluoruro de Sodio gastado

Tipo de análisis	Número de muestra	Sal 1 (Cruz de Oro)	Sal 2 (Esmeralda)	Sal 3 (Corona)
Fluoruro de Sodio consumido (mL)	1	0,70	1,00	0,80
	2	0,80	0,90	0,70

Al conocer el volumen de Fluoruro de Sodio gastado, es posible calcular la concentración de Flúor en la muestra. La concentración se obtiene empleando la ecuación 1 (Ec. 1). Los resultados obtenidos se especifican en la Tabla 4:

Tabla 4. Concentración de Flúor de sales analizadas (Método Volumétrico)

Tipo de análisis	Número de muestra	Sal 1 (Cruz de Oro)	Sal 2 (Esmeralda)	Sal 3 (Corona)	Valor de referencia
Flúor (mg/Kg)	1	28	40	32	200 (mín.) 220 (máx.)
	2	32	36	28	
	Promedio	30 ($\pm 2,000$)	38 ($\pm 4,000$)	30 ($\pm 2,000$)	

En la Tabla 4 se aprecian las concentraciones de Flúor presentes en las tres sales analizadas. Se puede observar que la sal 2 (Esmeralda) contiene la mayor concentración de Flúor entre las tres sales analizadas con un valor de 40 mg/Kg. Teniendo en cuenta el rango que exige la norma COVENIN 1791-201, el cual es de 200mg/Kg a 220 mg/Kg también se evidencia que la concentración de Flúor en todas las sales se encuentra por debajo de las establecidas en la norma.

De forma similar a lo obtenido en el presente estudio, Maupomé et al., [10] analizaron el contenido de Flúor en bolsas de sal distribuidas en la ciudad de México obteniendo un resultado del 85% por debajo de la cantidad de flúor fijada de 250 ppm por el programa Nacional de Prevención de la Caries Dental mediante el consumo de sal de mesa. En esta investigación se determinó que el 100% de las muestras se encontraron por debajo del rango establecido.

El bajo contenido en flúor de la sal puede deberse a diversos factores, entre los que sobresalen los siguientes: supervisión industrial inadecuada del proceso de fluoruración de la sal, o mezcla de sal fluorurada con sal no fluorurada durante los procesos industriales de las compañías que manufacturan o envasan sal.

Determinación la concentración de Sulfato a través de un método gravimétrico según la norma COVENIN 2189-84 [7].

Para realizar la determinación de Sulfato en las muestras de sales por el método de gravimetría, se siguió la metodología establecida anteriormente. El peso del Sulfato fue obtenido por diferencia de masa. Estas diferencias se aprecian en la Tabla 5:

Tabla 5. Peso de los sulfatos en el papel de filtro

Tipo de Análisis	Peso de papel sin filtrar (g)	Peso de papel después de filtrar (g)	Peso de Sulfatos (g)
Sal 1 (Cruz de Oro)	1,001	1,065	0,064
	0,966	1,036	0,070
Sal 2 (Esmeralda)	0,941	1,016	0,075
	0,990	1,060	0,070
Sal 3 (Corona)	1,022	1,090	0,068
	0,949	1,023	0,074

Con la diferencia de masas, se pueden calcular los miligramos de Sulfato presentes en la muestra que se diluyó. Esto se realiza haciendo uso de la ecuación 2 (Ec. 2). Las muestras de cada sal fueron analizadas por duplicado, por lo cual, el valor obtenido para cada sal es un promedio estadístico de esas dos mediciones. Los resultados se especifican en la Tabla 6:

Tabla 6. Concentración de Sulfatos de sales analizadas (método gravimétrico)

Tipo de análisis	Número de muestra	Sal 1 (Cruz de Oro)	Sal 2 (Esmeralda)	Sal 3 (Corona)	Valor de referencia
Sulfatos (mg/Kg)	1	121,93	142,88	129,55	0,6% (máx.)
	2	133,35	133,35	140,97	
	Promedio	127,64 ($\pm 5,7100$)	138,115 ($\pm 4,7649$)	135,26 ($\pm 5,7100$)	
	Promedio (%)	0,01276	0,01381	0,01352	

Cabe destacar que, la concentración de Sulfatos en todas las muestras de sales, se encuentra por dentro de los valores que exige la norma COVENIN 1791 – 2019 [3], la cual especifica un máximo de 0,6% de Sulfatos en la sal comestible.

Es importante acotar que las concentraciones de Sulfatos en los alimentos de consumo humano, deben ser bajas debido a los problemas relacionados con la salud, ya que según la OMS [11] la presencia de sulfato en alimentos consumo humano puede generar un sabor perceptible en niveles muy altos podría provocar un efecto laxante en consumidores no habituados.

Cálculo de las concentraciones de Flúor y Sulfato en muestras de sales comerciales empleando un método de espectrofotometría ultravioleta-visible

Para realizar el cálculo de las concentraciones de Flúor y Sulfato en las muestras de sales comerciales mediante espectrofotometría ultravioleta-visible, en primer lugar, se debieron construir las curvas de calibración

de cada anión. Siguiendo las metodologías establecidas, empleando las soluciones patrones correspondientes, se obtuvieron las curvas respectivas como se muestran en la Figura 1 y la Figura 2.

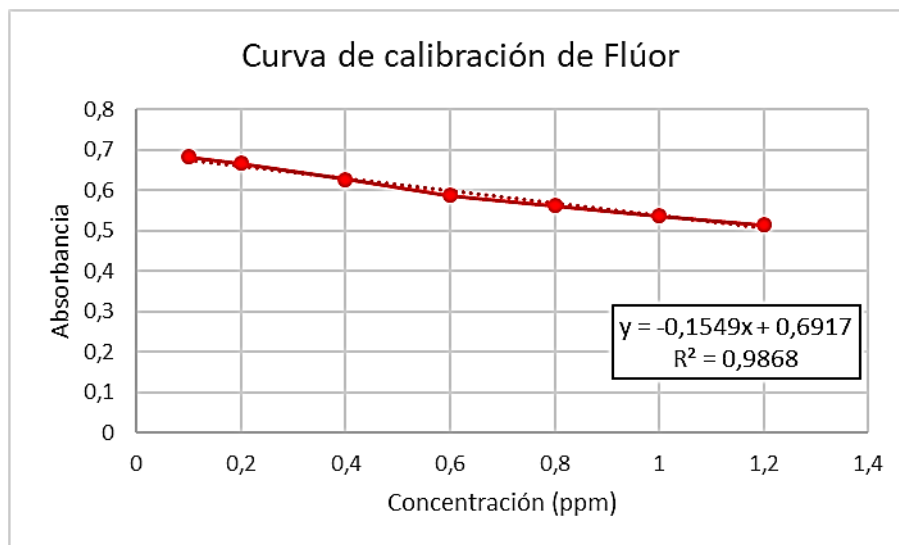


Figura 1. Curva de calibración de Flúor

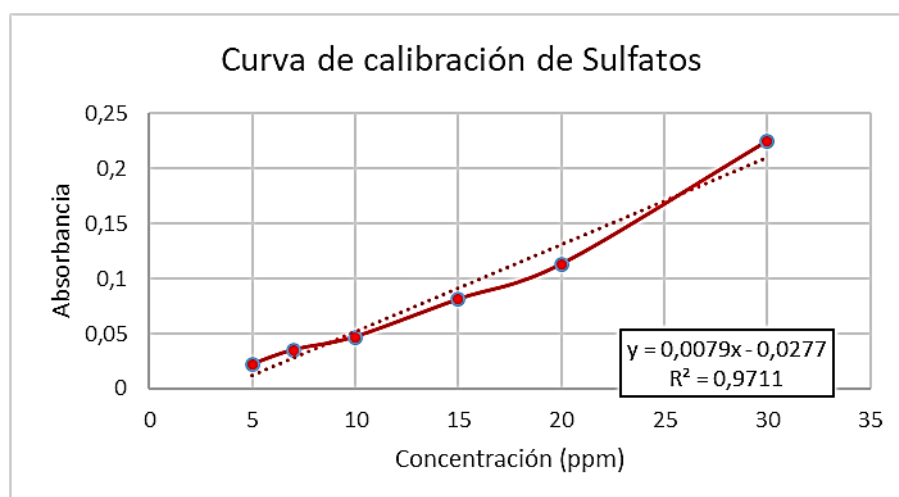


Figura 2. Curva de calibración de Sulfatos

La curva de calibración del Flúor fue obtenida con una amplitud de onda de 570 nm, al ser un método colorimétrico, se observa como la absorbancia posee una tendencia decreciente a medida de que la concentración va en aumento, esto debido a la pérdida de color al aumentar la concentración en la muestra que se está analizando. Para la construcción de la curva de calibración de los sulfatos, se utilizó una amplitud de onda de 420 nm, este método es turbidimétrico, por lo cual, la tendencia creciente en la absorbancia a medida que la muestra aumenta su concentración, se debe a la precipitación de los Sulfatos en esta.

Una vez construidas las curvas para ambos casos, se procede a calcular las concentraciones de Flúor y Sulfatos presentes en las tres muestras de sales a estudiar. Cada muestra se analizó por duplicado, por lo cual, el valor obtenido para cada sal es un promedio estadístico de esas dos mediciones. Los resultados son comparados con un valor de referencia establecido por la norma COVENIN 1791-2019 [3].

Tabla 7. Concentración de Flúor en las sales analizadas

Tipo de análisis	Número de muestra	Sal 1 (Cruz de oro)	Sal 2 (Esmeralda)	Sal 3 (Corona)	Valor de referencia
Flúor (mg/Kg)	1	12,582	16,131	12,049	200 (mín) 220 (máx)
	2	12,582	16,128	12,041	
	Promedio	12,582 ($\pm 0,000$)	16,129 ($\pm 0,002$)	12,045 ($\pm 0,005$)	

Tabla 8. Concentración de Sulfatos en las sales analizadas

Tipo de análisis	Número de muestra	Sal 1 (Cruz de oro)	Sal 2 (Esmeralda)	Sal 3 (Corona)	Valor de referencia
Sulfatos (mg/Kg)	1	28,221	242,311	55,487	0,6% (máx)
	2	28,624	242,303	55,659	
	Promedio	28,423 ($\pm 0,284$)	242,307 ($\pm 0,005$)	55,573 ($\pm 0,121$)	
	Promedio (%)	0,0028%	0,0242%	0,0056%	

Se aprecian en la Tabla 7 y la Tabla 8, los resultados obtenidos para las tres muestras analizadas. En el caso del Flúor (Tabla 7), se obtuvo una mayor concentración en la Sal 2 con 16,129 mg/Kg, ante los valores de la Sal 1 y Sal 3, los cuales fueron de 12,582 mg/Kg y 12,045 mg/Kg respectivamente. Las desviaciones en los resultados obtenidos fueron bajas, de no más de $\pm 0,005$. Además, se determinó que las tres muestras presentaron concentraciones de flúor más bajas a las establecidas por la norma COVENIN 1791-2019 [3]. Similar a lo reportado por Maldonado [8], donde el 37,5% de las sales analizadas, resultaron tener concentraciones de Yodo por fuera de los parámetros establecidos por COVENIN, en este estudio se determinó que, en el caso del Flúor, el 100% de las muestras se encuentra por debajo del rango establecido.

En el caso de los sulfatos (Tabla 8), se obtuvo una mayor concentración en la Sal 2 (Esmeralda) con 0,0242%, a diferencia de la Sal 1 (Cruz de oro) y la Sal 3 (Corona), las cuales obtuvieron un 0,0028% y un 0,0056%, respectivamente. La concentración de los sulfatos en las tres muestras, se encuentra dentro de los parámetros establecidos en la norma COVENIN 1791-2019 [3]. Tanto en el caso del Flúor, como en el del Sulfato, la Sal 2 fue la muestra que contenía concentraciones más altas de ambos aniones.

Los resultados obtenidos en investigaciones previas, realizadas en sales comerciales, reflejan que una cantidad considerable de las sales que se venden en la región, no cumplen con los parámetros establecidos por COVENIN para algunos de aniones que estas contienen. En las muestras analizadas en esta investigación, mediante espectrofotometría ultravioleta – visible, el Flúor reflejó una falta a la norma, mientras que los Sulfatos no lo hicieron.

Adicionalmente, los resultados obtenidos en esta investigación presentan una variación significativa en las concentraciones de Sulfatos y Flúor obtenidos mediante los métodos gravimétrico y volumétrico, en comparación a los obtenidos mediante espectrofotometría UV-visible. Esto puede deberse a la baja concentración de los analitos presentes en las muestras de sal, por lo cual, es recomendable replicar estos análisis con un método micro volumétrico y micro gravimétrico.

Conclusiones

Se logró determinar la concentración de Fluoruros en las tres distintas sales comerciales, empleando el método de volumetría establecido. Obteniendo la mayor concentración de este anión en la Sal 2 (Esmeralda).

Los resultados obtenidos mediante este método, demostró que las tres sales analizadas poseían cantidades de Flúor que incumplían con las concentraciones especificadas por COVENIN.

La determinación de la concentración de Sulfatos en las marcas de sales seleccionadas, se realizó mediante un método gravimétrico establecido, con el cual se obtuvieron concentraciones similares de Sulfatos en las tres sales analizadas, siendo nuevamente la Sal 2 (Esmeralda) la que obtuvo un valor ligeramente superior.

Sin embargo, las tres sales poseían cantidades de Sulfatos que se alineaban con los parámetros establecidos por COVENIN, para las sales de consumo humano.

Los resultados obtenidos mediante espectrofotometría UV-visible poseen una diferencia notable con respecto a los obtenidos mediante gravimetría y volumetría. Se recomienda a futuras investigaciones realizar estos análisis empleando un método micro gravimétrico y micro volumétrico, de manera que los resultados se logren con una mayor exactitud.

La detección de los aniones Fluoruro y Sulfato en las sales comerciales se llevó a cabo de manera satisfactoria, al emplear la metodología de espectrofotometría UV-visible, se logró determinar las concentraciones de las tres distintas sales, siendo la Sal 2 la que obtuvo las concentraciones más altas en ambos aniones.

Referencias

- [1] Y. Díaz, “Diseño preliminar de un secador para salineras”. Researchgate, 2011. [En Línea]. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/308169487_Diseño_preliminar_de_un_secador_para_las_salineras
- [2] H. Hernández, “Sal común: propiedades, beneficios y contraindicaciones”, Bon Viver, 2022. [En Línea]. Disponible en: <https://www.bonviver.es/gastroteca/la-sal-en-la-alimentacion-historia-tipos-y-salud>
- [3] Sal comestible: requisitos generales, COVENIN 1791-19. Caracas, Venezuela: Fondonorma, 2019.
- [4] I. Hidalgo-Gato Fuentes, J. Duque de Estrada Riverón, F. Mayor Hernández, J. D. Zamora Díaz. “Fluorosis dental: no solo un problema estético”, *Revista Cubana de Estomatología*, vol. 44, no. 4, 2007. [En Línea]. Disponible en: http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0034-75072007000400014&lng=es&tlng=es
- [5] J. Bolaños, G. Cordero, y G. Segura, “Determinación de nitritos, nitratos, sulfatos y fosfatos en agua potable como indicadores de contaminación ocasionada por el hombre, en dos cantones de Alajuela (Costa Rica)”, *Revista Tecnología en Marcha*, vol. 30, no. 4, pp.15-27, 2017.
- [6] Sal: determinación de fluoruro, COVENIN 3164-1995. Caracas, Venezuela: Fondonorma, 1995.
- [7] Agua potable: determinación de sulfato, COVENIN 2189-1984, Caracas, Venezuela: Fondonorma, 1984.
- [8] L. Maldonado, “Determinación del contenido de yodo en sal de consumo humano en muestras recolectadas de expendios de alimentos”, trabajo de fin de grado. Univ. Rafael Urdaneta, 2011.
- [9] A. E. Greenberg, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 18 ed. Editorial Board, 1992.
- [10] G. Maupomé Carvantes, “Flúor contenido en la sal para consumo humano distribuida en la ciudad de México”. *Bol Oficina Sanit Panam*, vol. 119, no. 3, pp.195-201, 1995.
- [11] Organización Mundial de la Salud (OMS), *Guías para la calidad del agua de consumo humano*. 4 ed. Ginebra: World Health Organization, 2011.