

# SPADNS: Método Colorimétrico não adequado para a determinação de flúor na saliva

L. Dias<sup>1</sup>, B. Sampaio-Maia<sup>1</sup>, O. Lopes<sup>1</sup>, R. Santos<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto, Portugal

<sup>2</sup> Laboratório Nacional de Energia e Geologia (LNEG), Porto, Portugal

## Objetivo

O flúor é um ião importante presente na saliva.<sup>[1,2]</sup> O método eléctrodo ião-seletivo (ISE) é o mais amplamente utilizado para a determinação de flúor na saliva.<sup>[3]</sup> Os métodos espectrofotométricos são, ainda, pouco utilizados. Estes métodos têm a grande vantagem de serem facilmente aplicáveis a volumes reduzidos de amostras, uma característica importante considerando as dificuldades na recolha de saliva humana.<sup>[4,5]</sup> O presente estudo teve como objetivo avaliar a aplicação de um método espectrofotométrico, o método colorimétrico SPADNS (trisodium 2 - (parasulfophenylazo) - 1,8-dihydroxy - 3,6 - naphthalenedisulfonate), para a determinação do flúor na saliva.

## Materiais e Métodos

Foram preparadas soluções padrão para o método eléctrodo ião-seletivo e para o método colorimétrico SPADNS. Foram traçadas curvas de calibração para ambos. Decorrente da presença de várias substâncias interferentes no método colorimétrico foi necessário realizar diversos procedimentos, com intuito de as eliminar. A turvação da saliva foi o interferente mais difícil de eliminar. Na tentativa de a eliminar foram efetuados procedimentos, como: adição de ácidos, filtração, aquecimento, "digestão da saliva" e destilação. Foram realizados scans do comprimento de onda e a absorvância a 570 nm foi registada para cada análise.

## Resultados

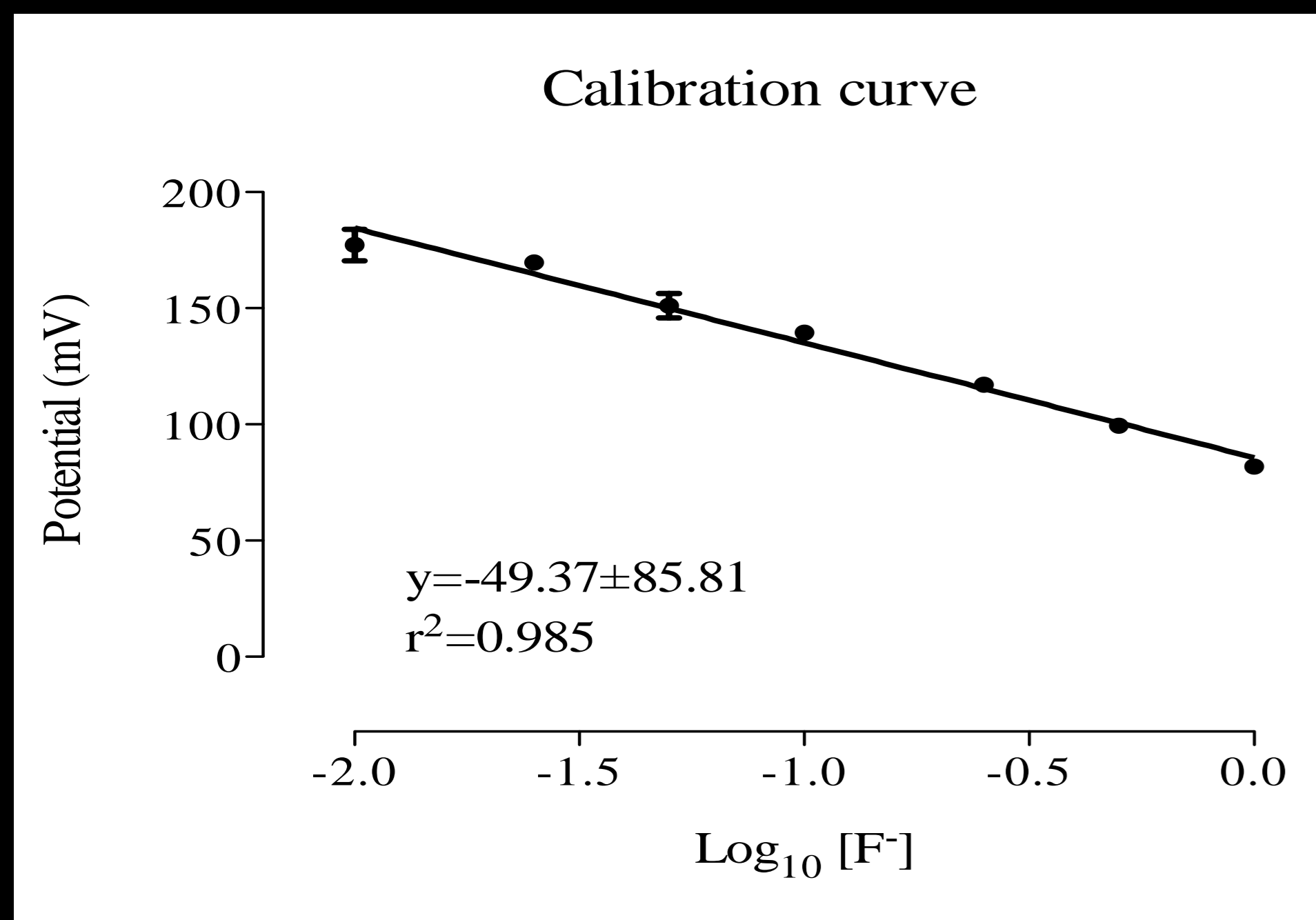


Fig. 1 - Curva de calibração para determinação de flúor pelo método eléctrodo ião-seletivo, onde foram utilizadas soluções padrão de flúor, 0,010-1,000 mg/l. Os pontos representam as médias e as barras de erro representam o desvio padrão. A regressão linear foi calculada utilizando o software GraphPad Prism ©.

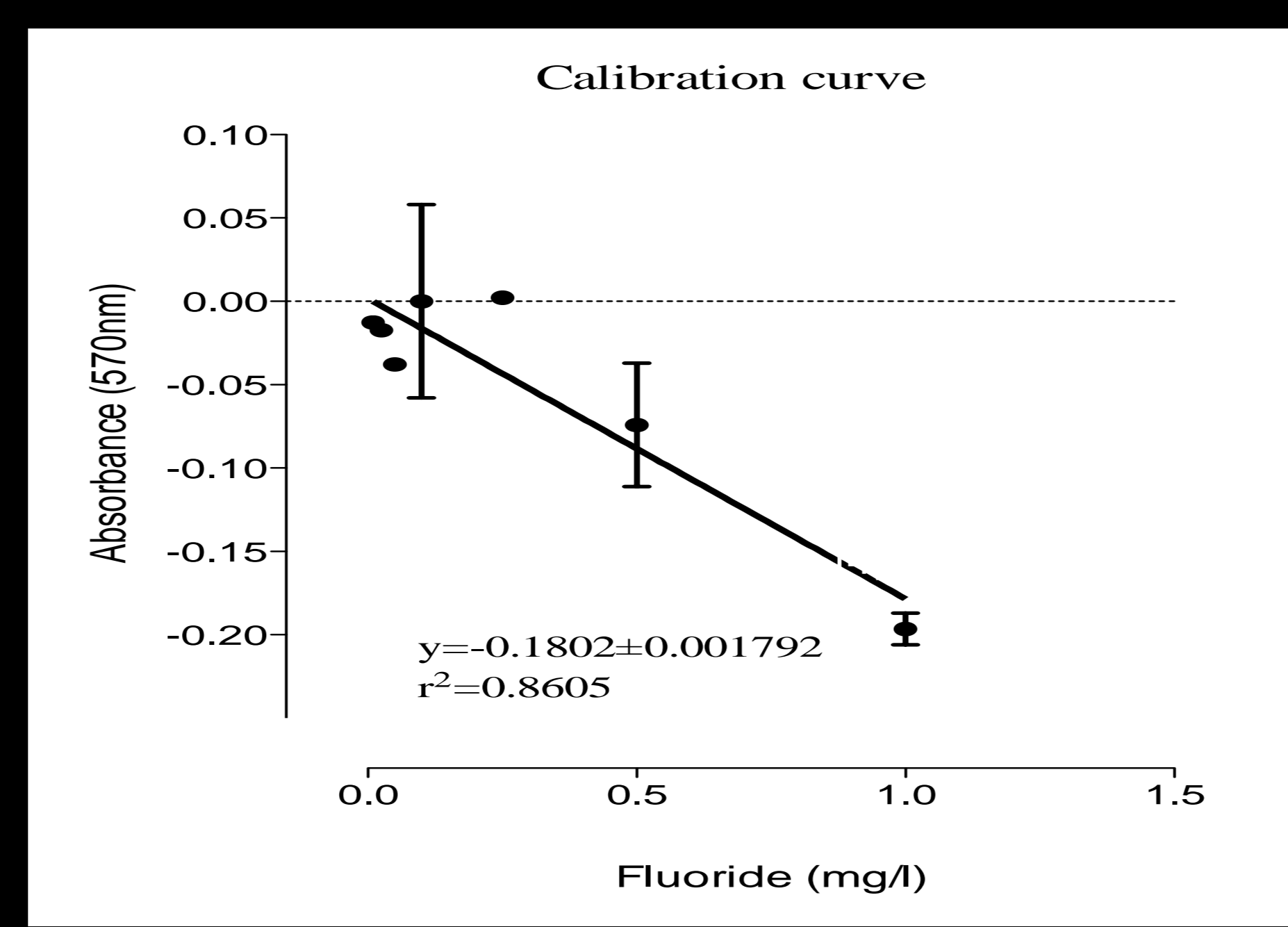


Fig. 2 - Curva de calibração para determinação de flúor, pelo método SPADNS, onde foram utilizadas soluções padrão de flúor, 0,010-1,000 mg/l. Os pontos representam as médias e as barras de erro representam o desvio padrão. A regressão linear foi calculada utilizando o software GraphPad Prism ©.

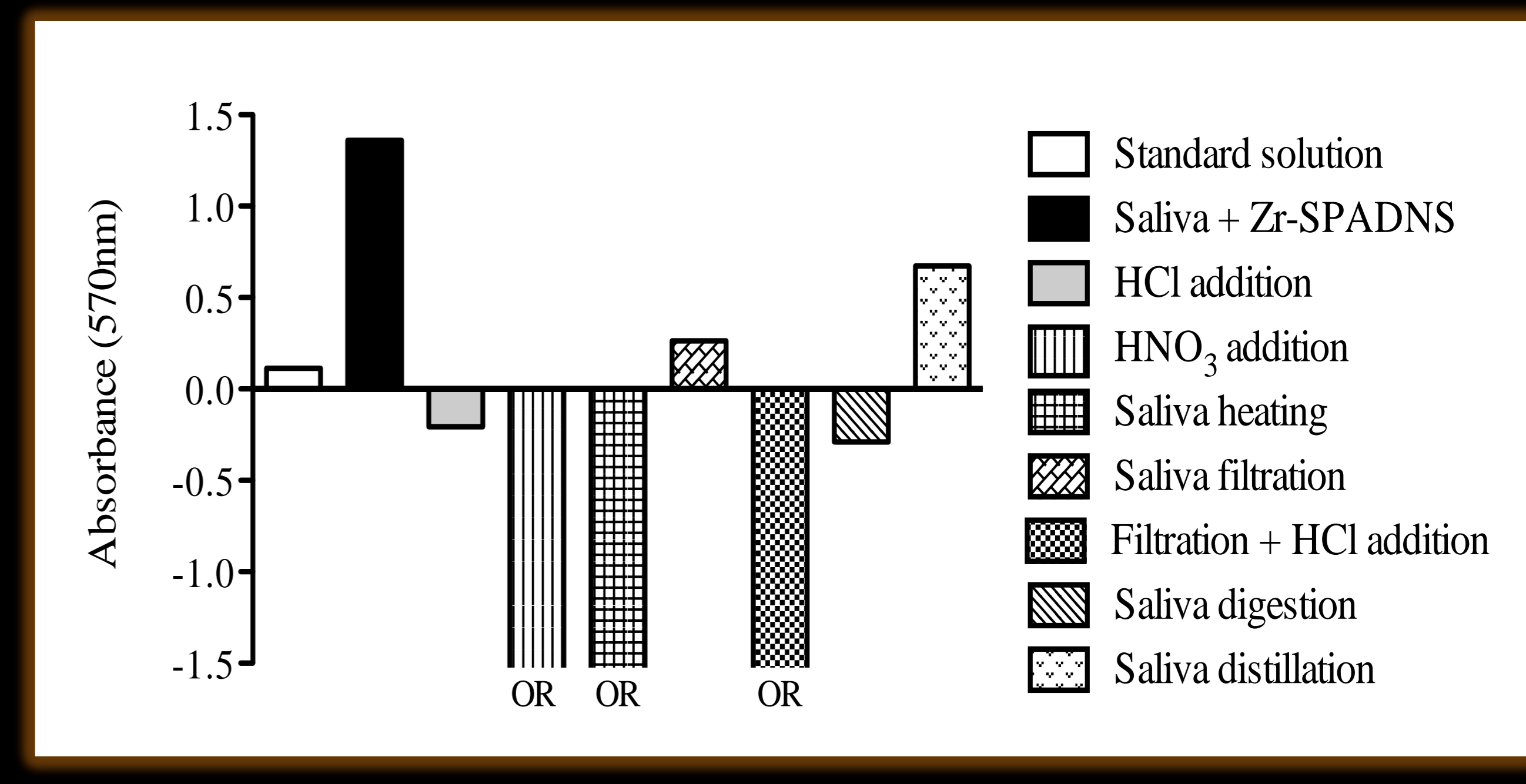


Fig. 3 - Gráfico com os valores de absorvância a 570 nm das diversas soluções utilizadas para a optimização do método SPADNS. O valor mais elevado foi o de saliva + complexo de Zr-SAPDNS. O menor valor de absorção foi o de ácido nítrico, aquecimento saliva e filtração depois da adição do ácido clorídrico, que estavam fora do limite de detecção (OR = fora).

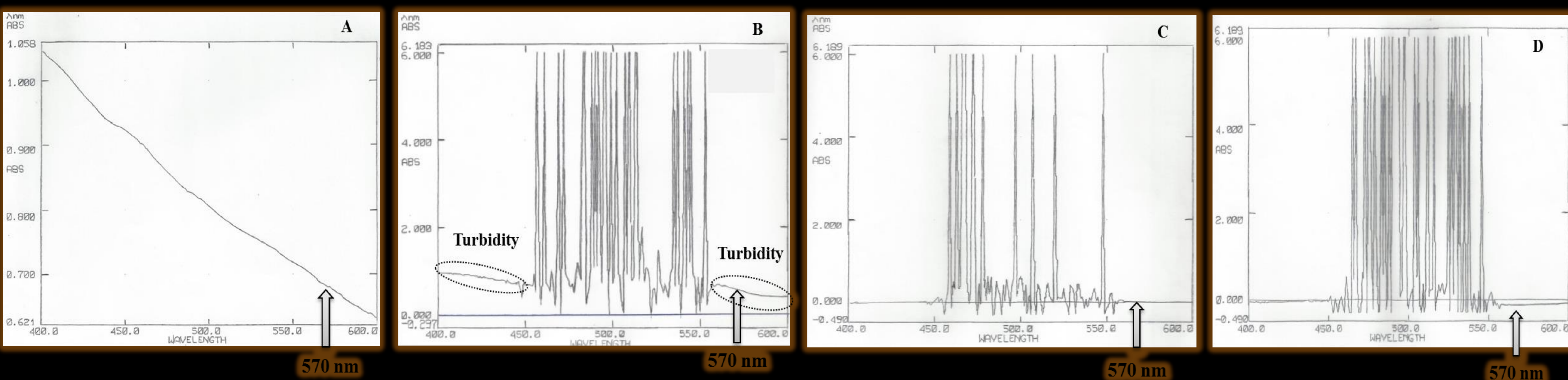


Fig. 4 - Scans de comprimento de onda (400 to 600 nm) de amostras de saliva (A), amostra de saliva preparada de acordo com o método SPADNS (B), solução de branco (C) e solução padrão (D). Na Fig. A e B é observado a presença de turvação na região dos 570 nm e na Fig. C e D a ausência de turvação na região dos 570 nm.

Comparando com o método eléctrodo ião-seletivo, o método colorimétrico foi menos seletivo e menos linear para concentrações de flúor entre 0,01 e 1,00 mg/L. O método colorimétrico revelou ser inadequado para leitura das amostras de saliva, devido à presença de turvação, característica intrínseca da saliva. As abordagens realizadas para a eliminar não foram bem sucedidas ou provocaram interferências no método colorimétrico.

## Conclusão

Este estudo demonstrou que o método colorimétrico SPADNS não consegue determinar com precisão a concentração de flúor na saliva. A eliminação das substâncias interferentes não foi conseguida. O método eléctrodo ião-seletivo continua a ser o método mais apropriado para a determinação de flúor na saliva.

## Referências Bibliográficas

1-Naumova, E.A., Kuehl, P., Hertenstein, P., Markovic, L., Jordan, A.R., Gaengler, P. and Arnold, W.H., (2012). Fluoride bioavailability in saliva and plaque, BMC Oral Health, 12:3. 2-Lagerlof, F. and Oliveby, A., (1994). Caries-protective factors in saliva, Advances in dental research, 8(2), 229-238. 3-Noh, J-H. and Coetzee, P., (2007). Evaluation of the potentiometric determination of trace fluoride in natural and drinking water with a fluoride ISE, Department of Chemistry, 33(4), 519-530. 4-Brossok, G.E., McTigue, D.J. and Kuthy, R.A., (1987). The use of a colorimeter in analyzing the fluoride content of public well water, Pediatric dentistry, 9(3), 204-207. 5-Farajzadeh, M.A., (2004). An Extractive-Spectrophotometric Method for Determination of Fluoride Ions in Natural Waters Based on its Bleaching Effect on the Iron (III)-Thiocyanate Complex, Journal of the Chinese Chemical Society, 303-308.