

Elementos traza en alimentos: Cadmio y Plomo en fruta enlatada por espectrometría de absorción atómica con horno de grafito

Patricia Bedregal¹ pbedregal@ipen.gob.pe

¹ Instituto Peruano de Energía Nuclear. Departamento de Química, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se demuestra la confiabilidad de los resultados de cadmio y plomo informados por el Laboratorio de Química mediante su participación en un Ensayo de Aptitud organizado por la National Food Administration de Suecia. La muestra consistió de fruta enlatada y fue analizada utilizando la técnica de espectrometría de absorción atómica con horno de grafito.

Abstract

The confidence of the results of cadmium and lead reported by the Chemistry Laboratory in its participation in a Proficiency Test organised by the Sweden National Food Administration, is showed. The sample consisted of canned fruit and it was analysed using graphite furnace atomic absorption spectrometry technique.

1. Introducción

La composición elemental de los seres vivos se clasifica en elementos mayores y traza, el último grupo comprende a los elementos esenciales y a los no esenciales (incluyendo los tóxicos). Los elementos traza esenciales son constituyentes de enzimas, hormonas, vitaminas y otras moléculas biológicas cumpliendo funciones vitales en los organismos vivos[1], no así, los elementos tóxicos como plomo y cadmio. Estos metales pesados, tienen una toxicidad elevada y gran capacidad de acumulación, como el cadmio en los riñones, produciendo enfermedades renales o el plomo en la sangre afectando al sistema nervioso.

Dada la importancia de dichos elementos por los efectos dañinos para la salud de los seres vivos, su cuantificación mediante el análisis químico debe garantizar la confiabilidad de los resultados producidos; sobre todo cuando se espera que la concentración de dichos metales pesados en alimentos esté a nivel de trazas.

Existen dos maneras de asegurar la calidad de los resultados en el análisis de trazas: mediante el uso de materiales de referencia certificados y mediante la participación del laboratorio en ensayos de aptitud. El primer

caso da la posibilidad de verificar el desempeño del analista y del procedimiento utilizado para analizar la muestra problema contra una muestra de cantidad conocida del analito de interés. El segundo caso permite evaluar el método aplicado por el laboratorio.

Se aplicó la espectrometría de absorción atómica con horno de grafito, para la determinación cuantitativa de Cd y Pb a nivel de trazas en una muestra de fruta enlatada preparada por la National Food Administration (NFA) de Suecia y enviada al laboratorio de Química del IPEN para su participación en el Ensayo de Aptitud – Ronda11.

2. Experimental

2.1. Muestras, instrumentación y reactivos

La muestra de ensayo consistió de fruta enlatada homogenizada, esterilizada y empacada en recipientes de polietileno. Como material de control del procedimiento de análisis, se utilizó el material de referencia, Simulated diet A de la NFA de Suecia.

La digestión de las muestras se llevó a cabo utilizando un horno microondas marca CEM - MARS 5, bajo condiciones de temperatura y presión controladas: potencia 600 W, presión

185 psi y temperatura 210 °C, por un tiempo de 20 minutos. La medición se realizó usando un espectrómetro de absorción atómica AAnalyst 800 con horno de grafito transversal (THGA) y un auto muestreador AS-800, Perkin Elmer. Lámparas de descarga eléctrica se utilizaron para la determinación de Cd y Pb, las que operaron bajo las condiciones recomendadas por el fabricante[2].

Todas las muestras, blancos y estándares fueron acidificados al 10% con ácido nítrico (grado ultrapuro, Merck). 5 µL de solución conteniendo 5 µg de Pd y 5 µL de solución conteniendo 3 µg de Mg(NO₃)₂ se utilizaron como modificadores de matriz.

2.2. Procedimiento de digestión

Se analizaron las muestras por triplicado. Se pesó 1 gramo de la muestra de ensayo y 0.5 gramos del material de control, en recipientes de teflón. Se agregó 7 mL de ácido nítrico. Se dejó pre digerar por cuatro horas y luego las muestras y blancos se colocaron en el horno microondas hasta total disolución. Se diluyeron a 25 mL.

2.3. Calibración y medición

Los estándares secundarios de Cd y Pb para la calibración, se prepararon a partir de soluciones estándar primarias de 1000 mg/L (2% HNO₃), Merck. Tabla 1. La ecuación de calibración definida fue no lineal a través de cero, lo que permitió su ajuste para obtener un coeficiente de correlación óptimo para el análisis. Figs. 1 y 2.

Tabla 1. Concentración del elemento en los estándares de calibración.

Estándar	Cd (µg/L)	Pb (µg/L)
Blanco	0	0
1	5	50
2	10	100
3	20	200
4	50	500

Para cada medición, se tomaron 20 µL de muestra y de solución estándar de Cd y Pb junto con 5 µL de cada modificador de matriz. En el caso del Cd se diluyeron alícuotas de 2, 4 y 8 µL de solución estándar

para obtener las concentraciones adecuadas para la curva de calibración.

Cd 228.8

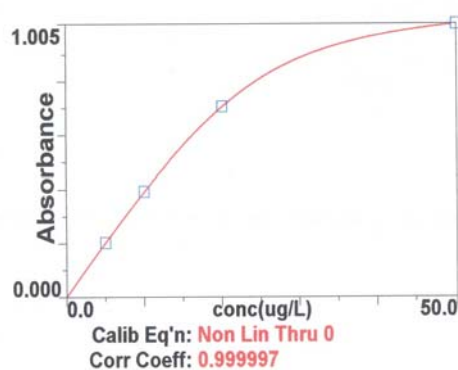


Figura 1. Curva de calibración ajustada para Cd.

Pb 283.3

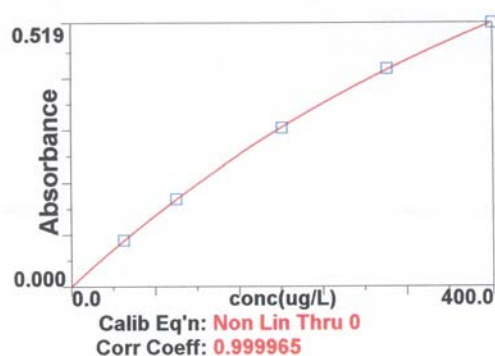


Figura 2. Curva de calibración ajustada para Pb.

Las Figuras 3 y 4 corresponden a las absorbancias obtenidas para Cd vs el tiempo de respuesta para los estándares de calibración y la muestra de ensayo y para los estándares de calibración y material de referencia analizado, respectivamente.

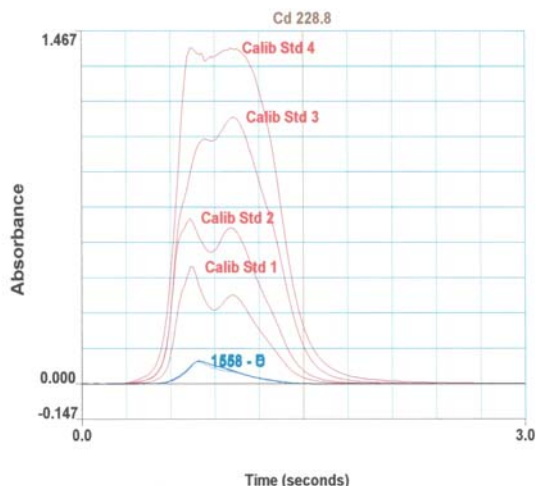


Figura 3. Señales de absorbancia para los estándares de Cd y para la muestra de ensayo.

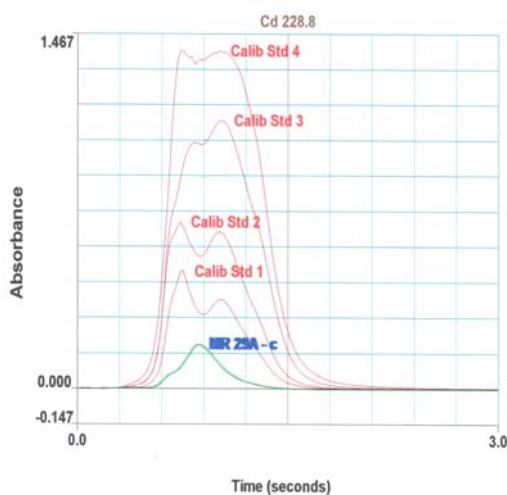


Figura 4. Señales de absorbancia para los estándares de Cd y para el material de referencia.

3. Resultados y Conclusiones

La tabla 2 muestra los resultados informados en el ensayo de aptitud y los resultados reportados por el laboratorio evaluador. La evaluación de los laboratorios individuales fue realizada mediante el enfoque del Z-Score, que permite comparar independientemente del material de ensayo, el método de análisis y la concentración del analito[3]. Los valores de Z-Score obtenidos, - 0.7 para Cd y 1.3 para Pb cumplen con la condición de aceptación $|Z| \leq 2$, por lo que los resultados son satisfactorios.

Tabla 2. Resultados de la muestra de ensayo comparados con los reportados por la NFA de Suecia.

Elemento	Conc. Lab. QUIM – IPEN (mg/kg)	Z - Score	Conc. reportada NFA (mg/kg)	σ
Cd	0.0081 ± 0.001	-0.7	0.011	0.003
Pb	0.049 ± 0.014	1.3	0.037	0.010

Los resultados se reportaron con desviación estándar relativa (RSD), obteniéndose para el Cd 6% y para el Pb 15%.

La tabla 3 presenta los resultados obtenidos en el análisis del material de referencia certificado utilizado para asegurar la calidad del resultado informado. Se observa una buena concordancia con el valor certificado. Esto ha permitido estimar la veracidad del método analítico aplicado. Se han obtenido resultados bajos para Cd y altos para Pb tanto en la muestra de ensayo como en el material de referencia, es necesario investigar esta variación para conseguir optimizar el método.

Tabla 3. Resultados obtenidos del material de referencia (MR) Simulated Diet A.

Elemento	Conc. Lab. QUIM – IPEN (mg/kg)	Valor certificado (mg/kg)	Sesgo
Cd	0.023 ± 0.0006	0.029 ± 0.003	0.006
Pb	0.045 ± 0.004	0.041 ± 0.010	- 0.004

Los resultados obtenidos nos permiten concluir que el método aplicado para la cuantificación de Cd y Pb a nivel de trazas en este tipo de matrices es sencillo y adecuado tanto en la preparación de las muestras, lográndose la total disolución como en la medición bajo las condiciones en las que se realizó.

La participación de los laboratorios en ensayos de aptitud permite demostrar su competencia así como brinda la posibilidad de optimizar algunos pasos en el

procedimiento de análisis, con la finalidad de mejorar la precisión y la veracidad del método analítico.

3. Agradecimientos

Al Dr. Lars Jorhem de la Nacional Food Administration de Suecia por la oportunidad brindada, para participar en la Ronda 11 del Ensayo de Aptitud – 2005.

4. Bibliografía

[1] Pais. I. *Environmental Sampling of trace elements*. Trace elements needs trace analysis. Edited by Bernd Market, Germany, 1994.

[2] Perkin Elmer Ins. *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry*. Singapore, 2000.

[3] Swedish National Food Administration. *Proficiency testing-Food Chemistry, Trace elements in food*. Reporte de Resultados, 2005.

[4] Ramis R. Guillermo, García A-C María Cecilia. *Quimiometría*. Cap. 2, pp. 37-38. España, 2001.