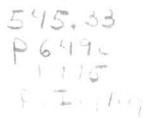
# UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA





# CONTROL DE TRAZAS DE METALES EN ALIMENTOS Y BEBIDAS POR ABSORCION ATOMICA

SEMINARIO DE GRADUACION
PRESENTADO POR:

# MARCELINA ANTONIETA PINEDA RUIZ

PARA OPTAR AL TITULO DE

# INGENIERO QUIMICO

EN EL GRADO DE LICENCIADO

**NOVIEMBRE DE 1975** 



#### UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR EN FUNCIONES : DR. CARLOS ALFARO CASTILLO

SECRETARIO GENERAL : DR. MANUEL ATILIO HASBUN

## FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA

DECANO

: ING. RODOLFO JENKINS G.

VICE DECANO

: ARQ. GUILLERMO GONZALEZ G.

SECRETARIO

: ING. EDUARDO ALONSO PLEITES C.

## JEFE DEL DEPTO. DE INGENIERIA QUIMICA

#### ING. GUSTAVO NERY IRAHETA

COORDINADOR DE LAS ACTIVI-

DADES ACADEMICO-DOCENTES : ING. GUSTAVO NERY IRAHETA

# DIRECTOR

LIC. JOSE ANTONIO SILVA TREJO

# ASESORES

LIC. VICTOR MANUEL SEGURA LEMUS

ING. MARIO ERNESTO CHOUSSY RUSCONI

A MI MADRE

A LA MEMORIA DE MI PADRE

A NATHALIA BEATRIZ

## CONTENIDO

	PAG.
INTRODUCCION	
Sistema de Absorción Atómica	ź
Equipo	3
Interferencias	. 8
Sensibilidad de los Elementos	9
Aplicaciones	10
Ventajas	11
Estudio sobre la Actualidad y Antecedentes en El Salva- dor, del Control de Trazas de Metales en Alimentos y Be bidas	12
PARTE EXPERIMENTAL	
Introducción	13
Preparación de Soluciones Patrón	14
Condiciones experimentales de Operación	15
Técnicas Analíticas	20
CALCULOS EXPERIMENTALES	
Introducción	32
Análisis de Bebidas Alcoholicas	33
Análisis de Jugos Envasados	<b>3</b> 6
Análisis de Bebidas Gaseosas	39
Análisis de Leche	41
Análisis de Aceites Veretales	43

	PAG
Análisis de Carne	43
Análisis de Pescado	44
TOXICIDAD DE ELEMENTOS ANALIZADOS	
Introducción	46
Arsénico	47
Cobre	48
Cromo	49
Hierro	51
Manganeso	52
Niquel	53
Plomo	54
Cinc	55
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	
CONCLUSIONES	
Arsénico	56
Cobre	57
Cromo	57
Niquel	58
Manganeso	58
Plomo	59
Cinc	59
RECOMENDACIONES GENERALES	60
BIBLIOGRAFIA	63
APENDICE	65

.

#### PREFACIO

Este trabajo se ha realizado con el objeto de exponer una técnica de análisis que sea más funcional en la determinación de elementos metáli-cos contenidos en algunas bebidas y alimentos consumidos en nuestro --país; pudiendo ser posteriormente extendido a otras muestras no incluidas aquí.

Para ello este Seminario se desarrolló en cinco partes. En la primera - se hace una breve descripción del principio instrumental y un estudio de los diferentes análisis realizados actualmente en diversas empresas dentro del área metropolitana.

En la segunda parte se incluyen las técnicas analíticas las cuales se e fectuaron en considerable número de muestras de bebidas y alimentos. 
Las muestras que se recolectaron son: Cerveza, Vino, Bebidas Gaseosas,

Jugos enlatados, Aceites vegetales, Productos lácteos, Carnes y Mariscos. Analizándose en cada una de ellas los siguientes elementos: en Bebidas (Cervezas, Vinos, Gaseosas, Jugos enlatados): Pb, Cu, Fe, Zn, Mn

y Cr. En Aceites Vegetales: Ni y Cr. En Productos lácteos (leche): Cu,

Pb y Fe. En carnes y mariscos: Pb, As,Cu. Se hizo para estos análisis un tratamiento previo de las muestras para luego hacer uso del método 
instrumental.

En la tercera parte se incluyen los cálculos para cada una de las mues--tras.

La cuarta parte consta de un estudio de toxicidad de los elementos a analizar y problemas industriales que éstos podrían ocasionar.

Siendo la parte final las conclusiones y recomendaciones generales.

#### INTRODUCCION

En los últimos añoz, la espectrofotometría por absorción atómica ha tomado un gran impulso como técnica analítica para la determinación de la
concentración de elementos metálicos. Siendo este un método altamente sensible, el cual se basa en el estudio de absorción de energía radiante por los átomos. El principio es similar al utilizado en otros métodos, luz proveniente de una fuente adecuada se hace pasar por la muestra en estado disociado provocado por una llama, registrándose la cantidad de luz absorbida en un detector, ésto se logra midiendo la cantidad
de luz antes y después de pasar a través de la muestra. (9)

Pero en esta técnica el elemento que nos interesa en la muestra no nece sita excitarse, como ocurre en otros métodos, en los cuales éste se excita para obtener la radiación de interés, existiendo el inconveniente que la muestra pueda emitir radiación que no interesa. Es decir, que en absorción atómica el elemento se disocia en sus enlaces químicos, colocando al elemento en su estado fundamental, no ionizado, o de menor energía. En ese estado el elemento puede absorber radiación emitida por la lámpara, en la que su cátodo está constituido por el elemento investigado. (10)

En condiciones de sufilisis los átomos están en el más bajo nivel de excitación posible y solamente unos cuantos átomos existirán en estado excitado.

Para fines prácticos, las transiciones electrônicas se efectúan en los átomos en estado fundamental siendo por ello limitado el número de 11---

neas de absorción que se utilizan en este método; el espectro obtenido consistirá entonces de líneas escasas y muy finas (aproximadamente de 0.01 A de espesor) y ésto se debe a que en el proceso de excitación electrónica de los átomos no ocurren cambios debido a energía de rota—ción o vibración. (9)

Existen diversas maneras de disociar los elementos de sus enlaces quimicos; en esta técnica la disociación se efectúa quemaado la muestra en una hlama.

#### SISTEMA DE ABBORCION ATOMICA.

Un espectrofotémetro de absorción atómica consta esencialmente de les - siguientes componentes:

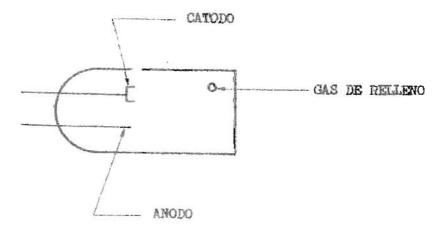
- 1. Una fuente de luz estable, amitiendo la linea aguda de resonancia del elemento a ser determinado; ésta puede ser una lámpara de cátode hueco o una lámpara de descarga sin electrode.
- 2. Un sistema de llama dentro del cual la solución de la muestra pueda ser aspirada a un flujo estable, y el cual es de suficiente tempera tura para producir un vapor atómico de las especies requeridas de -los componentes presentes en la solución.
- 3. Un monocromador para separar la linea de resonancia, no permitiendo radiaciones ajenas al intervalo deseado.
- 4. Un fotomultiplicador que detecte la intensidad de la energía de la luz que cae sobre él y el cual es seguido por dispositivos para la ampliación y lectura. (8)

5. Un registrador, usado principalmente en la determinación de trazas de elementos.

## EQUIPO.

Fuente de Radiación. El diseño de estos instrumentos debe ser de alta resolución, debido a que el elemento por determinar absorbe sola-mente en líneas muy angostas o sea que la fuente de emisión emita líneas de ese órden. Ya que las líneas de absorción son tan finas resul
ta muy difícil el uso de una fuente de radiación contínua.

La fuente de luz es generalmente una lámpara de cátodo hueco, el cual se fabrica del elemento a ser determinado. Casi todos los elementos se determinan muy efectivamente con este tipo de lámpara. Esquemáticamente se representa así:



Esta lampara consiste de una enveltura de vidrio de unos 15 cm de largo y 5 cm. de diametro. Introducidos en su interior se encuentran el cátodo, copa metálica que contiene el elemento a excitar, y el ánodo,
formado simplemente por una varilla de tugateno.

Como gas de relleno se utiliza Argón o Neón a muy baja presión (4 mm de mercurio) pero la elección del gas de relleno varía de acuerdo al elemento metálico. Esta lámpara emite solamente el espectro del elemento buscado, junto con el del gas de relleno.

La cara de la lampara se hace dependiendo de la longitud de emda que -debe transmitir y del diseño de cada fabricante. (10)

Al aplicar un voltaje, los átomos metálicos del cilindro chocan con el gas y se ionizan. Estos átomos ionizados al chocar con la superficie — del cátodo desprenden, físicamente, con el impacto producido, átomos de la superficie del metal de que esté construído, arrastrándolos a la atmósfera de la lámpara. Los átomos liberados están en un estado excita do y emiten el espectro característico del metal usado en la fabricación del cátodo. Estas líneas son tan finas que pueden llegar a ser totalmente absorbidas por las líneas de absorción de los átomos. Cada cátodo emite el espectro del metal usado en su fabricación, siendo construídos de sales o del elemento en forma pura, dependiendo a vida de la lámpara — de ese proceso. (9)

Esto en la práctica ocasiona el inconveniente de que para cada elemento que se desea determinar se utiliza un cátodo diferente que contenga ese metal: aunque las lineas obtenidas sean de alta pureza. (9)

Para evitar la presencia de pequeñas cantidades de gases que pueden cau sar corrosión dentro de la lámpara, se incorpora al sistema una lámina - de tantalio.

Algumas veces puede utilizarse como fuente de luz una lampara de descarga sinelectrodo; siendo la ventaja de ésta que el elemento del catodo no se pierde, porque está encerrado en un bulbo de cuarzo; por consiguiem te este tipo de lámpara tiene una vida mayor. Además posee mayor energía que las de cátodo hueco, pero su desventaja es que necesita una fuente de poder especial.

Atomizadores. La muestra se descompone en sus elementes constitutivos atomizandola o vaporizândela en una llama.

Para facilitar la vaporización de la muestra esta debe estar en solu-ción, encontrándose los elementos a ser determinados en estado iónico
o como compuesto orgánico. Cuando la muestra es nebulizada, se divide
en gotas finísimas, introducióndola así en la base de la llama; las go
titas se evaporan rápidamente quedando el soluto, el que a su vez se descompone en sus elementos constitutivos en estado atómico.

Lo fundamental, en el proceso de Absorción Atómica es la llama, existiendo diferentes formas de introducir la muestra en ella, dependiendo del elemento a ser determinado, así:

Llama	Elementos a determinarse	
Convencional	65	
Micromuestreo	10	
Generación de hidruros	7	

Esos tres sistemas utilizan llama, aunque se puede utilizar un dispositivo en el cual se usa un horno de grafito, determinándose sel aproxima damente 60 elementos.

## Tipos de llama

Tipos de elementes pa-Temperatura ra la que es adecuada Oxidante Combustible Aire Gas Natural 1700-1900 a) Elementos alcalinos, Zn, Cu, Cd, Pb. 2125-2400 Aire Acetileno b) Buena para alcalinoterreos, adecuada pa ra muchos elementos Aire Hidrogeno 2000-2050 c) ----Oxigeno Acetileno d) ----3050-3150 Oxido Nitroso Acetilenc 2600-2800 e) Elementos refracta-rios: Al, V. Ti, Ta, Be, Si, etc.

Generalmente los tipos de llama más usedos son Aire-Acetileno y Oxido Nitroso Acetileno; pero eso dependerá del elemento a ser determinado.
En absorción atómica es parte importante el quemador, ya que en él por
medio de una llama se disocian los elementos de sus enlaces químicos, pudiendo entonces absorber energía. Por eso constantemente se hacen modi
ficaciones para mejorar su diseño.

El quemador generalmente está hecho de Titanio sí ido; la ventaja de éste es su resistencia a la corrosión aunque se trabaje con soluciones bas tante ácidas además no existe problema de determinar Titanio en ese quemador.

En estos quemadores el más usado es de una abertura, aumque para soluciones que tienen gran cantidad de sólidos en solución se usa el quemador - de tres aberturas.

Monocromador. Se usa para separar las lineas de absorción de etras lineas que sean emitidas por el cátodo. O sea que las lineas no absorbentes se renuevan por medio del ronocromador, el cual selecciona una -banda de longitud de onda en la zona de la línea espectral de resonan
cia. (9)

Si la abertura de la rejilla es muy amplia pasa una mayor castidad de energía y se pierde resolución, además si la abertura es pequeña se - desperdicia buena parte de energía; es decir que la amplitud de la rejilla afecta las mediciones. Por ello para diferentes elementes se recomienda diferentes aberturas. Así por ejemplo en el hierro que presenta líneas muy cercanas, deberá elegirse una abertura pequeña. Es decir que es importante mantener el ancho de la banda del monocromador en el valor conveniente.

Detectores. Para este tipo de espectrofotometría se usa como detector un fotomultiplicador, cuya función es aumentar muchas veces la intensi dad de energía que recibe y luego dar la señal.

Registrador. La principal vertaja de este registrador gráfico es su u tilidad en la determinación de pequeñas cantidades de elementos, ya - que posee una gran sensibilidad, pudiendo así obtener las mediciones - con mayor exactitud.

Equipo adicional. Estre estes instrumentos los más usados son: un regulador de voltaje, usado para evitar fluctuaciones de la corriente eléctrica; un regulador de flujo y un compresor.

Además para controlar las condiciones de humedad apropiadas para el e quipo se usa un dehumidificador o un sistema de aire acondicionado.

#### INTERFERENCIAS.

Las interferencias pueden controlarse seleccionando un sistema de —
muestreo adecuado. Pueden ser: de origen químico, de ienización, de
absorción molecular y de matriz. Pero las de mayor importancia son —
las de origen químico, que son generalmente el resultado de una disociación incompleta de los compuestos del elemento a estudiar. Se debe
a que los compuestos al llegar a la llama, ésta no posee suficiente e
nergía para disociarlos o puede ocurrir formación de nuevos compues—
tos en la llama. Esta interferencia es difícil de compensar. Algunos
métodos para minimizarla es adicionar Lantano, uso de llama más calien
te o utilizar método de adiciones. (10)

Algunas veces los anienes que acompañan al ión metálice influyen en la muestra. Debido a que la estabilidad del compuesto metálico formado — en la atomización está afectada por la naturaleza del anión; siendo — por consiguiente afectada la producción de átomos metálicos en el atomizador. Esas interferencias se eliminan preparando las curvas de calibra ción con el mismo anión presente en la muestra.

Otra fuente de interferencia es el solvente. Se debe a que es más dificil reducir el metal al estado atómico en la liama cuando este se encuentra en soluciones acuosas, que cuando está disuelto en un solvente orgánico. Por ejemplo: una concentración dada de un elemento en un solvente orgánico, absorbe de dos a cuatro veces más que en un solvente acuoso. Es decir, que los solventes orgánicos aumentan la eficiencia del quemador y hacen la posible extracción de un elemento metálico en forma de complejo.

Interfe encia por Tonización. Courre cuando en la muestra hay átomos o compuestos de elementos que son muy fácilmente ionizables a la temperatura de la llama; y se corrige agregando a la muestra otro elemento que sea más fácilmente ionizable que el elemento de interés (ejemplo, en caso de Bario se añade exceso de Potasio); utilizando el método de adiciones o usando llama más fría pero no es aconsejable porque puede ocurrir interferencia de tipo químico.

Interferencia de Absorción Molecular. Si al absorber la muestra ésta forma partículas sólidas, esas partículas se interponen en el paso de la radiación, reflejándose parte de la energía en diferentes direcciones, causando ésto interferencia debida a la absorción molecular. Para esa interferencia se usa un dispositivo especial llamado corrector de Deuterio; pero la forma más fácil de compensar este fenómeno es igualar la concentración de patrones y de muestra.

#### SENSIBILIDAD DE LOS ELEMENTOS

Sensibilidad es la cantidad de señal obtenida por cantidad de maestra y en Absorción Atómica se define como la concentración o peso de un elemento dado que da 1% de absorción o en unidades de absorbancia 0.0044. Sin embargo en esta técnica es más conveniente hablar de límites de detección para determinado instrumento. Siendo el límite de detección la cantidad o concentración del elemento que determinado veinte veces, die cinueve de ellas dan un valor diferente del valor de señal cero; diciendo entonces que esa concentración es el límite de detección.

La siguiente tabla muestra el límite de detección y la longitud de onda más apropiada para algunos elementos que se determinan por Absor--ción Atómica. (Modelo 303 de Perkin-Elmer Corporation).

Metal	Limite de detección	Longitud de Onda (A°)	Ilama
As	0.2	1937	Aire/Acetilemo
Cr	0.005	3579	Aire/Acetileno
Cu	0,005	3247	Aire/Prop.
Fe	0.005	3483	Aire/Acetileno
Hg	0.5	2537	Aire/Prop.
Mn	0.002	2795	Aire/Prop.
Ní	0.005	2320	Aire/Acetilene
рь	0.03	2833	Aire/Prep.
Zn.	0.002	21.38	Aire/Prop.

Los límites anteriores pueden tener alguna diferencia dependiendo del equipo utilizado y de las conticiones experimen ales.

#### APLICACIONES

Practicamente la mayor importancia del método de absorción atómica radica en las determinaciones cuantitativas, ésto se realiza basándose en - curvas de calibración para cada elemento a determinarse y para cada instrumento.

Obteniendose dichas curvas de resultados experimentales, que provienen de preparar soluciones que contengan el elemente deseado en concentra-ciones conocidas, determinando su correspondiente medida de absorción.

Entonces, la concentración que corresponde a una solución desconocida dada puede ser determinada de la gráfica por interpolación, si conoce mos su absorbancia leída en condiciones similares a las utilizadas en la preparación de la curva te cali ración.

Cualitativamente, esta técnica no es muy utilizada, debido a la monoto nía de realizar un ensayo para cada elemento, ya que es necesario una lámpara diferente para cada uno. Sin embargo algunas veces es utilizado para determinar la ausencia de un metal determinado.

#### VENTAJAS

la principal ventaja de la Absorción Atómica, desde el punto de vista analítico, es debida a que no existen interferencias espectrales y muy pocas interferencias químicas en los análisis. En este método la absorción por los átomos es independiente de la longitud de onda a que la absorción se lleva a cabo, y también de la temperatura de los átomos, o sea que el método es relativamente libre de interferencia, lo cual es muy difícil en otros métodos de espectroanáli, is de átomos, como por ejemplo: espectroscopía de emisión, fotometría de llama, etc.

En resumen el método de análisis por Absorción Atómica es útil para mu chos elementos del sistema periódico, no nos indica la forma molecular en que se encuentra el elemento, pero es un método rápido, sensible y usualmente más preciso que otras técnicas de análisis usadas en determinaciones similares. (8) (10)

# ESTUDIO SOBRE LA ACTUALIDAD Y ANTECEDENTES EN EL SALVADOR, DEL CONTROL DE TRAZAS DE METALES EN ALIMENTOS Y BEBIDAS.

Para ello se consultó a las diferentes instituciones donde se lleva a cabo control de calidad. Por ejemplo Mataderos de El Salvador y Quality Meats, que son centros procesadores de carne en el pais en los cuales se informó que únicamente existe control veterinario de trazas de pesticidas pero no trazas de metales en alimentos. De manera similar en el Centro Nacional de Tecnología Agropecuaria (CENTA), no lo verificam en forma rutinaria, siendo determinados los elementos metálicos de nicamente cuando alguna institución lo solicita. Rutinariamente hacen análisis en foliares, productos agrícolas o algunos elementos metálicos que participan en el crecimiento normal de una planta.

Referente a leche se visitó la Dirección General de Sanidad, donde no se lleva a cabo ningún control de este tipo, solamente hacen un Análi—sis Bromatológico determinando H, proteínas, gra as, humedad y análi—sis bacteriológico.

En lo que respecta a Cerveza, Vino, Aceites, también no existe control de los iones anteriores, por ningún método.

En conclusión, creo que no existe una investigación de este tipo, debido al alto costo del equipo, además no se lleva a cabo ningún control estatal. Por eso este trabajo puede servir como guía para posteriores análisis.

PARTE EXPERIMENTAL

.

#### INTRODUCCION

Los métodos de aplicación de espectrescopía de absorción atómica a la química de alimentos han sido reportados en una amplia variedad de materiales. Habiendo sido determinados muchos elementos principales y algunas trazas — de metales a un nivel de 1 p.p.m. y debajo de ese valor. Rutinariamente — estas determinaciones se llevan a cabo en vino, cerveza, productos cárnicos, etc. Siendo también analizados aceites vegetales y aditivos de alimentos por algunas impurezas que puedan contener.

Las publicaciones hechas periódicamente en la aplicación de absorción atómica a la química de alimentos son relativamente pocas, a pesar de la gran mayoría de laboratorios de alimentos que utilizan esta técnica. Talvez la razón de la escasez de dichas publicaciones es debido a que no existen mayores complicaciones en el uso del instrumento, ésto dependerá finicamente de la preparación de la muestra. (11)

La parte experimental quo a continuación se indica acluye:

- a) Preparación de las soluciones patrón para cada análisis
- b) Condiciones de operación del instrumento, las cuales dependel del modelo usado, siendo estas suministradas por los fabricantes.
- c) Tratamiento previo a la muestra, el cual es indicado para cada muestra en particular, debido a que es imposible determinar una técnica de operación para cada caso.

#### PREPARACION DE SOLUCIONES PATRON

- Solución de Arsénico (1000 ppm) se prepara disolviendo 1.320 grs de As203 (Oxido arsenioso) en 25 ml de solución de KOH 20% (w/v). Luego se neutraliza con Solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 20% (v/v) usando como indicador Fenoltaleina. Finalmente se diluye a 1 litro con solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1% (v/v).
- Solución de Cromo. (1000 ppm). Se disuelven 3.735 grs de K2CrO4 (Cromato de Potasio) en 1 litro de agua deionizada.
- Solución de Cobre (1000 ppm) se disuelve 1.000 grs de cobre metálico en un volumen mínimo de  $\text{HNO}_3$  (1+1). Luego se diluye a 1 libro con Solución  $\text{HNO}_3$  1% (v/v).
- Solución de Hierro (1000 ppm). Se disuelve 1.000 gr de hierro metálico en 50 ml de HNO3 (1+1). Aforando a 1 litro con agua deionizada.
- Solución de Manganeso (1000 ppm). Se disuelve 1.000 gr de Manganeso metálico en un volumen mínimo de HNO3 (1+1). Diluyendo a 1 litro con HCl 1% (v/v).
- Solución de Níquel (1000 ppm). Se prepara disolviendo 1.000 gr de Níquel metálico en un volumen mínimo de  $HNO_3$  (1+1). Diluyendo a 1 litro con  $HNO_3$  1% (v/v).
- Solución de Plomo (1000 ppm). Se disuelven 1.598 gr de Pb  $(NO_3)_2$  (nitrato de plomo), en 1 litro de  $HNO_3$  1% (v/v)
- Solución de Cinc. (500 ppm). Se prepara disolviendo 0.500 gr de Cinc metálico en un volumen mínimo de HCl (1+1), diluyendo a 1 litro con HCl 1% (v/v).

#### CONDICIONES EXPERIMENTALES DE OPERACION

Instrumento usado: Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

# Arsénico

Modelo : 305 A Perkin-Elmer

Lampara : De catodo hueco de Arsenico

Long. de onda: 195 nm.

Corriente Aplicada al Cátodo: 19 mA

slit: 4

Damping: 2

Combustible: Acetileno

Comburente : Aire

Presion de flujo combustible: 8 lbs/pulg2

Presión de Flujo Comburente: 30 lbs/ pulg<sup>2</sup>

(a la entrada del aparato)

Quemador usado : 3 ranuras

#### Cromo

Modelo: 305 A Perkin-Elmer

Lámpara: De cátodo hueco de multielementos (Cr., Ag., Cu., Ni)

Longitud de Onda: 360.8 nm

Corriente Aplicada al Cátodo: 30 mA

Slit: 4

Damping: 3

Combustible: Acetileno

Comburente: Aire

Presion de Flujo Combustible : 8.0 lbs./pulg2

Presion de flujo Comburente: 30.0 lbs./pulg2

Quemador usado: De 3 ranuras

## Cobre

Modelo: 305 A Perkin-Elmer

Lámpara: de cátodo hueco de multielementos (Cu, Ag, Cr, Ni)

Longitud de Onda: 326 nm

Corriente Aplicada al cátodo: 30 mA

Slit: 3

Damping: 3

Combustible: Acetileno

Comburente: Aire

Presión de flujo combustible: 8 lbs/pulg<sup>2</sup>

Presion de flujo comburente: 30 lbs/pulg2

(a la entrada del aparato)

Quemador usado: de 3 ranuras

#### Hierro

Modelo: 305 A Perkin-Elmer

Lámpara: de cátodo hueco de hierro

Longitud de Onda: 250 nm

Corriente Aplicada al cátodo: 30 mA

Slit: 3

Damping: 2

Combustible: Acetileno

Comburente: Aire

Presion de flujo combustible: 8.0 lbs./pulg2

Presion de flujo comburente: 30 lbs/pulg<sup>2</sup>

(a la entrada del aparato)

Quemador usado: de 3 ranuras

#### Manganeso

Modelo: 305 B Perkin-Elmer

Lámpara: de cátodo hueco de multielementos (Mn, Ni, Cu, Co, Cr.)

Longitud de Onda: 280.0 nm

Corriente aplicada al cátodo: 30 mA

Slit: 3

Damping: 3

Combustible: Acetileno

Comburente: Aire

Presion de flujo combustible: 8.0 lbs/pulg2

Presion de flujo comburente: 30.0 lbs/pulg2

(a la entrada del aparato)

Quemador usado: de 3 ranuras

# Niquel

Modelo: 305 A Perkin-Elmer

Lámpara: De cátodo hueco de multielementos (Ni, Cr. Ag, Cu)

Longitud de Onda: 233.2

Corriente Aplicada al cátodo: 30 mA

Slit: 3

Damping: 2

Combustible: Acetileno

Comburente: Aire

Presión de flujo combustible: 8 lbs/pulg<sup>2</sup>

Presión de flujo comburente : 30 lbs/pulg<sup>2</sup> (a la entrada del aparato)

Quemador usado: de 3 ranuras

# Plomo

Modelo: 305 B Perkin-Elmer

Lámpara: de cátodo hueco de plomo

Longitud de Onda: 284 nm

Corriente Aplicada al catodo: 10 mA

Slit: 4

Damping: 3

Combustible: Acetileno

Comburente: Aire

Presión de flujo combustible: 8.0 lbs/pulg<sup>2</sup>

Presión de flujo comburente : 30.0 lbs/pulg<sup>2</sup>

Quemador usado: de 3 ranuras

#### Cinc

Modelo: 305 B Perkin-Elmer

Lámpara: de cátodo hueco de Cinc.

Longitud de onda: 214.5 nm

Corriente aplicada al catodo: 30 mA.

Slit: 4

Damping: 4

Combustible: Acetileno

Comburente: Aire

Presión de flujo combustible: 8.0 lbs/pulg<sup>2</sup>

Presion de flujo comburente (a la entrada del aparato) : 50.0 lbs/pulg<sup>2</sup>

Quemador usado: de 3 ranuras

#### TECNICAS ANALITICAS

## TRAZAS DE METALES EN BEBIDAS

## I Análisis de Bebidas Alcohólicas

Estas determinaciones se hacen por comparación de la muestra a ser analizada con las soluciones patrones, las cuales se preparan de manera si milar que la solución de la muestra.

Para todas las muestras de bebidas los elementos analizados fueron: Cu, Fe, Cr, Pb, Mn, Zn.

## a) Análisis de Cervezas

La espectroscopía de absorción atómica es usada para determinar la -concentración de cobre, hierro y otros elementos en cerveza a niveles abajo de 1 ppm. Esto se hace debido a que en la fabricación de cerveza es
necesario sostener la concentración de esos elementos a bajos niveles, porque causan una espumación o un efecto burbujeante indeseable cuando el contenido es mayor, obteniéndose estas determinaciones con bastante -exactitud y rapidez por este método. (4)

#### Muestras

- 1. Cerveza Pilsener
- 2. Cerveza Suprema
- 3. Cerveza Malta
- 4. Cerveza de Barril

#### Reactivos

- a) Soluciones Patron
- b) Alcohol etilico

# Preparación de la Muestra

La mayoría de elementos a analizar en la Cerveza están a niveles que no necesitan dilución, esto al principio puede causar una obstrucción en el
quemador, este problema es casi eliminado usando un quemador de tres aber
turas.

El único tratamiento previo a la muestra es la remoción del dióxido de - carbono, lo cual se puede lograr transfiriendo la Cerveza de un beacker a otro o por filtración a través de un papel filtro fino.

Las muestras son aspiradas directamente y la concentración del elemento es determinada por comparación con los valores obtenidos para las soluciones patrón. (1)

# b) Análisis de Vino

Algunos metales en vino, pueden ser determinados por aspiración directa contra soluciones patrones conteniendo igual cantidad de alcohol. Aunque otros metales requieren un procedimiento de concentración previo a su de-verminación. Este método describe un procedimiento de evaporación a cenizas el cual ha sido usado para la determinación de niveles bajos de meta-les en vino. (1)

#### Muestras

- 1. Vino Mechazo Blanco
- 2. Vino Marañon

## Reactivos

- a. Soluciones Patrón
- b. Acido sulfúrico concentrado

## c. Acido nítrico concentrado

# Preparación de la Muestra

Se evaporan 50 ml de muestra de Vino en un crisol de porcelana abierto, - en un baño de arena aproximadamente a 120°C. Cuando el vino se convierte en jarabe espeso, se agregan 4 ml de ácido sulfúrico concentrado. El exceso de ácido se elimina por calentamiento suave, obteniéndose una costra dura de azúcar deshidratada.

Se coloca el crisol en un horno ventilado a 500°C durante 30 minutos. Lug go se remueve el crisol del horno y se agregan 2 ml de HNO3 concentrado. Se calienta a sequedad y se lleva nuevamente a la mufla a 500°C. Este tra tamiento con HNO3 se repite aproximadamente cinco veces hasta obtener cenizas blancas. (1)

Las cenizas blancas obtenidas se disuelven en cinco ml de HNO3 y se ca--lienta en baño de arena hasta que el volumen se reduce a 2.5 ml. Luego se
transfiere a un frasco volumétrico de 5 ml y afora con agua deionizada.

A la solución anterior se le analizan los elementos Cobre, Cromo, Hierro,
Plomo, Manganeso y Cinc, los cuales se encuentran a niveles bajos en Vi-nos.

# II. Análisis de Jugos Envasados

Este método describe la determinación de Cu, Cr, Fe, Pb, Mn y Zn en jugos de frutas.

# Muestras

- l. Jugo de Pera Ducal
- 2. Jugo de tomate Ducal
- 3. Jugo de Melocotón Ducal
- 4. Jugo de Durazno Kern's
- 5. Jugo de Tomate Kern's
- 6. Jugo de Pera Kern's

## Reactivos

- a. Soluciones patrón
- b. Acido Clorhídrico concentrado

# Preparación de la Muestra

Se colocan 20 ml de jugo a ser analizado en un frasco volumétrico de 100 ml. Se le agregan 5 ml de Hcl, se afora con agua deionizada y se centrifuga. En el líquido sobrenadante se analiza la concentración de cada uno de los elementos anteriormente mencionados. (1)

# III. Arálisis de Bebidas Gaseosas

En este análisis los elementos se determinan por aspiración directa de la muestra a ser analizada.

# Muestras

- 1. Coca Cola
- 2. Uva Tropical
- 3. Pepsi Cola

## Reactivos

a. Soluciones patron

# Preparación de la Muestra

La muestra se filtra a través de un papel filtro fino con el objeto - de eliminar el dioxido de carbono.

Las muestras se aspiran directamente, determinándose de esa manera la concentración del elemento a analizar. (1)

Se usa un quemador de 3 aberturas para prevenir que los sólidos de - la muestra obstruyan la abertura.

# IV. Análisis de Leche

Cuando los niveles de concentración de los elementos presentes en la leche es bajo, se verifica un proceso que incluye cenizas secas y extracciones orgánicas, este método es bastante exacto; no siendo conveniente en este caso hacer el análisis directamente quemando las muestras.

Se ha conocido con anterioridad, que el sabor de la leche, conocido como sabor oxidado es el resultado de una alta anormalidad en la con centración de Cobre y otros elementos presentes en ésta. En años recientes este problema ha aumentado debido a que la leche es almacena da por largos períodos al ser colectada y pasteurizada; además en mu chos animales se usan alimentos preservados sin recursos de forraje verde. Por ello se ha estudiado el efecto de la dieta natural de cobre contenida en la leche, así como también los posibles caminos de contaminación externa de la misma. (7)

#### Muestras

- 1. Leche Foremost
- 2. Leche Copinap

#### Reactivos

Acido Clorhídrico concentrado

Acido Clorhídrico 2.4 N

Acido Clorhidrico 6 N

Acido Clorhídrico O.l N

APDC (Ditiocarbamato de Amonio Pirrolidina)

MIBK (Metilisobutilcetona)

# Preparación de la Muestra

Se acidifican 25 ml de muestra de leche con 4 ml de HCl 2.4 N en un crissol y se evapora a sequedad en baño de arena. La muestra seca se calienta suavemente en una mufla a 500°C y se deja durante todo un día a esta temperatura. Después de este tratamiento se obtiene una ceniza gris. Se agrega 2 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado y la muestra se evapora a sequedad en el mismo baño.

La muestra seca todavía en el crisol se flamea por pocos minutos colocándose nuevamente en la mufla a 500°C por una hora hasta que se produce una ceniza blanca. La ceniza es agitada con 5 ml de HCl 6 N y se seca en un baño de vapor. Luego se agita nuevamente con 10 ml de Hcl 0.1N y se lleva a ebullición.

La solución se transfiere a un Babcock. El crisol original se lava con 10 ml de solución ácida 0.1 N, la cual se lleva a ebullición y se transfiere a la botella Babcock, finalmente el crisol es lavado con 10 ml de agua deionizada, la cual es agregada también a la botella.

Todo el cobre y los demás elementos se han convertido en Cloruro por este proceso, a la solución de la botella Babcock se le agrega un ml de APDC 1% y 10 ml de metilisobutilcetona. La botella Babcock se agita aproximadamente l minuto con la mano y se centrifuga 15 minutos. Se separa la fase orgánica por adición de agua. La botella se deja en reposo 10 minutos. El análisis por absorción es corrido en la fase orgánica directamente de la botella Babcock comparándose con los standard preparados por extracción usando como blanco metilisobutilcetona. (7)

#### TRAZAS DE METALES EN PRODUCTOS ALIMENTICIOS

# I. Análisis de Carnes y Sus Derivados

En este trabajo se usa un procedimiento de conversión a cenizas, para la determinación de trazas de Plomo, Arsénico y Cobre.

## Muestras

- 1. Carne de Res
- 2. Carne de Cerdo

#### Reactivos

- a. Soluciones Patron
- b. Solución de Nitrato de Magnesio Hexahidratado, 50% (w/v) en agua -deionizada. Mg (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. 6H<sub>2</sub>O
- c. Acido Nítrico Concentrado

# Preparación de la Muestra

Se pesan exactamente de 5 a 6 gr. de muestra en un crisol de Vycor, adicionando 2.5 ml de solución de Nitrato de Me nesio hexahidratado 50%
y se lleva a cenizas, por 2 6 3 horas, o hasta que la muestra esté com
pletamente carbonizada en un hot plate.

Se coloca la muestra preincinerada en una mufla a 500°C, después de l hora se saca la muestra, cuidadosamente se humedecen las cenizas con HNO3 y se regresa nuevamente a la mufla. Se recomienda no usar demasia do HNO3 porque la muestra puede salpicar cuando está en el horno. El - procedimiento de humidificado se repite cada hora hasta que las cenizas son blancas, corrientemente después de dos horas. Posteriormente se --

transfiere en forma cuantitativa la muestra a un volumétrico de 10 ml la vando cuidadosamente el crisol con un ml de HNO3 diluido. Se transfieren los lavados al volumétrico, repitiendo el lavado dos veces. Se afora con agua deionizada.

Se determina la concentración de los elementos mencionados, directamente del frasco volumétrico, usando quemador de tres ranuras. (1)

## II. Análisis de Pescado

Este método describe la determinación de Plomo, Cobre y Hierro en pescado usando el procedimiento de conversión en cenizas.

#### Muestras

- 1. Pescado del lago (mojarra)
- 2. Pescado de mar (mero)

#### Reactivos

- a. Soluciones Patrón
- b. Acido Nitrico 20% (v/v)

# Preparación de la Muestra

Se pesan 4 gr de muestra en un crisol y se carboniza en un hot plate. Se pone el crisol en una mufla fría y lleva a 525°C. Se mantiene así hasta que las cenizas sean blancas. Luego se enfría y se adicionan 15 ml de HNO3 al 20% y se mezclan con un agitador. Se filtra a través de un papel filtro Whatman No. 42 a un volumétrico de 100 ml el cual ha sido lavado con ácido. Se lava el residuo del papel tres veces con agua deionizada y se afora hasta obtener el volumen con agua destilada. (1)

El análisis es determinado usando el procedimiento de rutina para cada elemento.

Englishment of the state of the

# III. Análisis de Aceites Vegetales

La espectroscopía de Absorción Atómica ha sido utilizada con buen resultado para la determinación de metales en varios medios orgánicos. Sin embargo hasta ahora no han sido hechas mayores publicacio
nes en la determinación de estos elementos en sustancias grasas. En
este trabajo se ha querido describir una técnica para estas determi
naciones por absorción atómica.

El análisis puede ser corrido en soluciones acuosas o soluciones or gánicas. En este trabajo se seleccionó operar en la fase orgánica, debido a que por este método se evita pérdidas y provee un procedimiento eficiente de análisis. También el uso de un solvente orgánico tiene varias ventajas como son: (6)

- a) Las soluciones orgánicas tiene mayor velocidad de evaporación que las soluciones acuosas, por consiguiente la cantidad de sal sólida presente para un pequeño valor de solución a un instante Δt dentro de la llama es grande.
- b) El uso de un solvente orgánico disminuye la viscosidad de la solución, siendo así incrementado el volumen en el nebulizador por unidad de tiempo.
- c) La eficiencia de nebulización es alta porque la tensión superficial de la solución es baja.

#### Muestras

- 1. Aceite El Dorado
- 2. Aceite Orisol

# Reactivos

- a. Soluciones Patron
- b. Acido clorhidrico concentrado
- c. Oxido de lantano
- d. Alcohol metilico
- e. Acetato de etilo
- f. Solución de lantano 1%

Solución de lantano. Se pesan 58.75 grmos de  $\text{La}_2\text{O}_3$ , disolviéndolos en  $\underline{4}$  cido clorhídrico concentrado, luego se transfieren a un balón de 500 ml y se afora con solución de alcohol metílico - acetato de etilo 50% (v/v). De esta solución que se encuentra al 10% se prepara la cantidad necesaria de Lantano 1%.

# Preparación de la Muestra

Las muestras de sustancia grasa son disueltas en la solución de La, obteniendo una solución 0.1% a 3% (w/v).

Se aspira la solución directamente y se determina la concentración del elemento de interés contra los standard apropiados usando los métodos de rutina. (1)

CALCULOS EXPERIMENTALES Y CURVAS DE CALIBRACION.

#### INTRODUCCION

Para determinar las concentraciones de las muestras analizadas, es necesario construir curvas de calibración usando condiciones y concentraciones conocidas y reproducibles. Para obtener mejores resultados estas soluciones patrones deben ser similares a la muestra en lo posible. Rutinariamente es conveniente determinar prácticamente varias soluciones patrones conjuntamente con una serie de muestras desconocidas. Esto permite hacer las correcciones a la curva de calibración por las condiciones existentes al realizar el análisis.

## I - ANALISIS DE BEBIDAS ALCOHOLICAS

En estos análisis se utilizó un registrador grálico adaptado al espectrofotómetro, obteniéndose gráficamente la concentración para cada ele mento.

En estas gráficas se utiliza la relación directa que hay entre el núme ro de divisiones indicadas por el registrador (altura), las cuales se obtienen para la concentración de la solución patrón, así como también para la concentración del elemento que es estudiado.

Con los datos obtenidos para la solución patrón se construye la curva de calibración interpolando en ella la concentración buscada.

## a) Análisis de Cerveza

Las soluciones patrón de cada elemento se preparan por dilución de las soluciones patrón de 1000 p.p.m. hasta obtener una concentración a propiada con agua deionizada y alcohol etílico, de manera que al final la solución contenga 10% (V/V) en alcohol. (1)

Para que las soluciones patrón posean una conce tración apropiada se preparan dependiendo de la absorción de la muestra, de manera que la absorción para el patrón de concentración más alto no deberá ser menor que la absorción de la muestra.

- Determinación de Cromo
  - De la solución patrón de 1000 p.p.m. de Cromo se preparan patrones a cuosos de 0.5, 0.1 y 0.05 p.p.m. de Cr., los cuales deben contener alcohol etílico 10% (V/V).
- Determinación de Cobre

  Se preparan las soluciones patrón acuosos conteniendo 0.05, 0.1, 0.2

0.5 y 1 p.p.m de cobre. Agregandoles alcohol etilico de manera que contengan finalmente 10% de alcohol.

#### - Determinación de Hierro

Se preparan soluciones acuosas conteniendo 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 p.p. m. de Fe, agregândoles alcohol etilico en un volumen de 10% (V/V).

## - Determinación de Manganeso

De la solución patrón de 1000 p.p.m. se preparan las soluciones acuo sas conteniendo: 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 y 1.0 p.p.m. de Mn, a los cualles se agregan alcohol etílico en un volumen de 10% (V/V).

# - Determinación de Plomo

Se preparan soluciones patron acuosas conteniendo 0.005, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 y 1.0 p.p.m. de Pb con un volumen de alcohol de 10% (V/V).

# - Determinación de Cinc.

De la solución patrón de 500 p.p.m. de Cinc, se preparan las soluciones acuosas conteniendo 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 y 1.0 p.p.m. de cinc. A--gregándoles alcohol en un volumen 10% (V/V).

#### RESULTADOS DE ANALISIS DE CERVEZAS

Muestra de Cerveza	p.p.m. Cu	p.p.m. Fe	p.p.m. Cr	
Pilsener	0.213	0.067	0.0250	
Suprema	0.140	0.042	0.0295	
Malta	0.150	0.072	0.0275	
Barril	0.220	0.070	0.0260	

Muestra de Cerveza	p.p.m. Pb	p.p.m. Mn	p.p.m. Zn	_
Pilsener	0.00	0.240	0.035	
Suprema	0.04	0.350	0.210	
Malta	0.00	0.420	0.150	
Barril	0.00	0.250	0.060	

Las concentraciones en p.p.m. contenidas en la solución muestra se obtienen a partir de las curvas de calibración descritas en el Apéndice.

# b) Análisis de Vino

Las soluciones patrón se preparan por dilución apropiada para cada - elemento. Agregando ácido nítrico concentrado a cada patrón, de manera que la solución final contenga 50% (v/v)  $\text{HNO}_3$ . (1) Cálculos:

Concentración del elemento  $(p_{\bullet}p_{\bullet}m_{\bullet}) = (p_{\bullet}p_{\bullet}m_{\bullet})$  en la solución muestra: (0.1)

#### RESULTADOS DE ANALISIS DE VINOS

Muestra de Vino	p.p.m. Cu	p.p.m. Cr	p.p.m. Fe
Mechazo	0.36	0.030	0.076
Marañón	0.61	0.043	0.100
Muestra de Vino	p.p.m. Pb	p.p.m. Mn	p.p.m. Zn
Mechazo	0.0899	0.02	0.04
Marañón	0.0735	0.12	2.50

# II - ANALISIS DE JUGOS ENVASADOS

En el análisis de jugos las soluciones patrón se preparan por dilución adecuada para cada elemento, agregando ácido clorhídrico a cada uno de ellos, de manera que la concentración final del ácido sea 5% -(V/V). (1)

RESULTADOS DE ANALISIS DE JUGOS ENVASADOS

Muestra de jugo	Dilución	Lectura	p.p.m. Cu
Pera Ducal	Directa	0.1575	0.1575
Tomate Ducal	Directa	0.2925	0.2925
Melocotôn Ducal	Directa	0.0626	0.0626
Durazno Kern's	Directa	0.0625	0.0625
Tomate Kern's	Directa	0.2150	0.2150
Pera Kern's	Directa	0.0725	0.0725
Muestra de jugo	Diluci <b>ó</b> n	Lectura y cálculo	p.p.m. Cr
Muestra de jugo Pera Ducal	Diluci <b>6</b> n 20:100		p.p.m. Cr 0.1380
		cálculo	
Pera Ducal	20:100	0.0275 x 5	0.1380
Pera Ducal Tomate Ducal	20:100	0.0275 x 5 0.0125 x 5 0.0230 x 5	0.1380 0.0630
Pera Ducal Tomate Ducal Melocotón Ducal	20:100 20:100 20:100	0.0275 x 5 0.0125 x 5 0.0230 x 5	0.1380 0.0630 0.1150

Muestra de jugo	Diluciê	Lectura y cálculo	p.p.m. Fe
Pera Ducal	20:100	0.55 x 5	2.75
Tomate Ducal	20:100	0.70 x 5	3 <b>.</b> 50
Melocoton Ducal	20:100	0.50 x 5	2.50
Manzana Kern's	20:100	0•90 x 5	4.50
Tomate Kern's	20:100	1.00 x 5	5•00
Pera Kern's	20:100	0.70 x 5	3 <b>.</b> 50
Muestra de Jugo	Dilución	Lectura y Cálculo	p•p•m• Pb
Pera Ducal	20:100	0.015 x 5	0.075
Tomate Ducal	20:100	0.045 x 5	0.225
Durazno Ducal	20:100	0.062 x 5	0.310
Melocotón Kern's	20:100	0.062 x 5	0.310
Naranja Kern's	20:100	0.000 x 5	0.000
Pera Kern's	20:100	0.062 x 5	0.310
Muestra de Jug <b>e</b>	Dilución	Lectura y Cálculo	p.p.m. Mn
Pera Ducal	20:100	0.236 x 5	1.180
Tomate Ducal	20:100	0.420 x 5	2 100
Durazno Ducal	20:100	0.240 x 5	1.200
Melocotón Kern's	20:100	0.735 x 5	3.675
Naranja Kern's	10:100	0 <sub>*</sub> 595 x 10	5•950
Pera Kern's	20:100	0.490 x 5	2.450

Muestra de Jugo	Dilución	Lectura y Cálculo	p.p.m. Zn
Pera Ducal	20:100	0.113 x 5	0.565
Tomate Ducal	20:100	0.240 x 5	1,200
Durazno Ducal	20:100	0.090 x 5	0.450
Melocoton Kern's	20:100	0.760 x 5	3.800
Naranja Kern's	20:100	0.110 x 5	0.550

# III - ANALISIS DE BEBIDAS GASEOSAS

Las soluciones patron de cada elemento se preparan por dilución apro--piada con agua deionizada, de las soluciones patron de 1000 p.p.m.

RESULTADOS DE ANALISIS DE BEBIDAS GASEOSAS

MUESTRA	Dilución	Lectura	p.p.m. Cu
Coca Cola	Directa	0.027	0.027
Uva	Directa	0.010	0.010
Pepsi Cola	Directa	0.021	0.021
MUESTRA	Diluci <b>ó</b> n	Lectura	p.p.m. Cr
Coca Cola	Directa	0.0295	0.0295
Uva	Directa	0.0330	0.0330
Pepsi Cola	Directa	0.0370	0.0370
MUESTRA	Díluci <b>ó</b> n	Lectura	p.p.m. Fe
MUESTRA Coca Cola	Diluci <b>ó</b> n Directa	Lectura	p.p.m. Fe 0.1250
Coca Cola	Directa	0.1250	0.1250
Coca Cola Uva	Directa Directa	0.1250 0.1475	0.1250 0.1475
Coca Cola Uva Pepsi Cola	Directa Directa Directa	0.1250 0.1475 0.1700	0.1250 0.1475 0.1700
Coca Cola Uva Pepsi Cola MUESTRA	Directa Directa Directa Directa Dilución	0.1250 0.1475 0.1700 Lectura	0.1250 0.1475 0.1700 p.p.m. Pb

MUESTRA	Dilución	Lectura	p.p.m. Mn
Coca Cola	Directa	0.060	0.060
Uva	Directa	0.055	0.055
Pepsi Cola	Directa	0.075	0.075
MUESTRA	Dilución	Lectura	p.p.m. Zn
Coca Cola	Directa	0,0210	0.0210
Uva	Directa	0.0995	0.0995
Pepsi Cola	Directa	0.0400	0.0400

# ANALISIS DE LECHE

Las soluciones patrón se preparan per dilución apropiada de el elemento a ser analizado, agregándole ácido clorhídrido 0.1N de manera que dichos patrones contengan finalmente 25% V/V de HCl.

Luego se colecan 25 ml de una alicuota del patron acuese en una bete--lla Babceck y se agrega un ml de APDC 1% y 25 ml de MIBK, se agita la botella  $B_a$ bcock com la mano y se centrifuga durante 15 minutes. (7)

#### Calcules

Concentración de Elemento (p.p.m.)= (p.p.m. en solución muestra)(f.c.)

Donde f.c.= factor de concentración

Ea este case d.f. = 
$$\frac{10}{25}$$
 = 0.4

- Determinación de Cobre

  Se preparan patrones por extracción de 1, 2 y 5 p.p.m. de cobre
- Determinación de hierro

  Se preparan los patrones por extracción de 1, 2 y 5 p.p.m. de hierro
- Determinación de plemo

  Los patrones que se preparan por extracción contienen 0.1, 0.2, 0.5

  y 1 p.p.m. de plemo.

RESULTADO DE ANALISIS DE LECHE

MUESTRA	LECTURA	p.p.m. Cu
Feremost	2.10 x 0.4	0.84
Copinap	2.25 x 0.4	0.90

MUESTRA	LECTURA	р.р.н. Ге
Foremost.	2.5 x 0.4	1.00
Copinap	1.4 x 0.4	0.56
MUESTRA	LECTURA	р.р.н. Рь
Foremost	0.06 x 0.4	0.024
Copinap	0.04 x 0.4	0.016

## ANALISIS DE PRODUCTOS ALIMENTICIOS

## ANALISIS DE ACEITES VEGETALES

La concentración de las soluciones patrón en p.p.m. del elemento a - ser analizado se prepara por dilución apropiada con solución 1% de - Lantano. (1)

RESULTADO DE ANALISIS DE ACEITES VEGETALES

MUESTRA	p.p.m. Cr.	p.p.m. Ni	
El Dorado	trazas	trazas	
Orisol	Trazas	trazas	

### ANALISIS DE CARNE

Las soluciones patrón se preparan diluyendo apropiadamente la solución patrón de 1000 p.p.m. conteniendo el elemento. Las diluciones son hecchas con solución al 10% (V/V) de  $HNO_3$  (1)

Concentración de Elemento (p.p.m.)=

Donde f.d. = Factor de dilución

En este caso f.d. = 1.0

- Determinación de Cobre

Se preparan soluciones patrón conteniendo 0.5, 1.0, 2.0 y 5.0 p.p.m.

de cobre.

$$p.p.m.$$
 Cu (carne de res)=  $\frac{1.85 p.p.m. \times 1 \times 10}{6.024} = 3.07$ 

$$p.p.m.$$
 Cu (carne de cerdo) =  $\frac{1.6 p.p.m. \times 1 \times 10}{6.024}$  = 2.65

#### - Determinación de Plomo

Para esta determinación se preparan soluciones patrón de 0.5, 1.0, -2.0 y 5.0 p.p.m. de plomo

$$p.p.m.$$
 Pb (carne de res) =  $\frac{1.3 p.p.m. \times 1 \times 10}{6.024}$  = 2.10

$$p_p_m$$
 Pb (carne de cerdo)=  $\frac{1.8 p_p_m \times 1 \times 10}{6.024}$  = 2.90

#### RESULTADO DE ANALISIS DE CARNE

MUESTRA	p.p.m. As	P.p.m. Cu	p.p.m. Pb
Carne de Res	-	3.07	2.10
Carne de Cerdo		2.65	2.90

### ANALISIS DE PESCADO

Las soluciones patrón son preparadas por dilución apropiada con agua - deionizada, de la solución patrón conteniendo 1000 p.p.m. del elemento a ser analizado.

#### Cálculo

Concentración de Elemento (p.p.m.) =

- Determinación de Cobre

$$p.p.m.$$
 Cu (pescado lago) =  $\frac{0.09 \times 1 \times 100}{4.012} = 2.24$ 

$$p.p.m.$$
 Cu (pescado mar) =  $\frac{0.14 \times 1 \times 100}{4.023}$  = 3.48

# - Determinación de Plomo

p.p.m. Pb (pescado lago)= 
$$\frac{0.06 \times 1 \times 100}{4.012} = 1.49$$
  
p.p.m. Pb (pescado mar) =  $\frac{0.09 \times 1 \times 100}{4.023} = 2.23$ 

## - Determinación de Hierro

p.p.m. Fe (pescado lago)= 
$$\frac{0.15 \times 1 \times 100}{4.012} = 3.74$$
  
p.p.m. Fe (pescado mar) =  $\frac{0.18 \times 1 \times 100}{4.023} = 4.47$ 

# RESULTADOS DE ANALISIS DE PESCADO

MUESTRA	p∗p∗m• Cu	p.p.m. Pb	p.p.m Fe
Pescado lago	2.24	1.49	3-74
Pescado mar	3.48	2,23	4.47

ESTUDIO DE TOXICIDAD DE LOS ELEMENTOS ANALIZADOS (As, Cu, Cr, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn)

# INTRODUCCION

Debido a que algunos de los objetivos de este trabajo son, poner en práctica un método rápido de análisis de trazas de metales tóxicos o no, y así poder localizar las posibles contaminaciones que puedan ser ocasionadas por dichos elementos, se hace necesario realizar un estudio toxicológico para cada uno de ellos, pudiendo poste riormente comparar los resultades obtenidos con las Normas mínimas dadas por Organismos Mundiales, observando si estames dentro de escos límites.

## ARSENICO

Las concentraciones de Arsénico en los alimentos varía como resultado de la contaminación industrial y por la contaminación debida al empleo de arsenicales, como insecticidas y como aditivos de los pien sos animales.

El Arsénico no tiene ninguna función esencial en la nutrición.

Los compuestos inorgánicos de Arsénico son muy tóxicos cuando se ingieren en pequeñas cantidades, ocurriendo la intoxicación crónica — por este elemento en el hombre.

Se ha fijado la dosis máxima admisible de Arsénico en 0.05 mg/Kg de peso corporal por día aproximadamente. (2)

### COBRE

En personas adultas no se ha observado nunca casos de carencia de cobre, ní siquiera en las zonas dende esta carencia es grava en el gana do criado en régimen de pastóreo.

Las dietas típicas que provecan una deficiencia cúprica son las que a portan menos de 48 ug diaries por kg de pese corporal. (2)

En cuanto a la toxicidad, se sabe que en la mayor parte de las especies monogástricas se ebserva una elevada telerancia para el cobre.

Agí el comité Mixto FAO/OMS de Expertes en Aditivos Alimentarios ha declarado en su 14e. Informe que cuando la ingestión cotidiana de cobre es inferior a 0.5 mg/Kg de pese no es de esperar que aparezcan efectos nocivos en el hembre. Por consiguiente la concentración de este elemento se controla generalmente en la leche debide a la anormalidad que ocasiona en el sabor una alta concentración de él y etros elementos.

#### CROMO

En los estudios realizades corre la función del creme en la nutrición, solamente se tiene que tomar en cuenta la forma trivalente ya
que ésta es la única que tiene actividad biológica, debido a que en
la materia viva no se produce la exidación de Cr<sup>+5</sup> a Cr<sup>+6</sup>. No es fácil evaluar esa función del cremo en el hembre por el pequeño núme
ro de casos estudiados, y la insuficiencia de los cenocimientes sebre la naturaleza química de los compuestos de cromo presente en los
alimentos. Los conocimientos actuales hacen pensar que la texicidad
está limitada casi exclusivamente a los compuestos de cromo hexavalente. El cromo trivalente sélo produce reacciones tóxicas a dosis muy altas. No se dispone de informes sobre la toxicidad del cromo trivalente administrado por vía oral. (3)

Por abora no es posible determinar cuantitativamente las necesidades humanas de cromo debido a la insuficiencia de los conocimientos actuales de las formas y biodisponibilidad de ese elemente en los productos alimenticios. Se conoce que la eliminación de ese elemento en la orina es del orden de 5-10 ug/dfa, la cual representa la mayor parte de las pérdidas cotidianas. Por ello se considera que el aporte alimentario requerido oscila entre 20 ug y 500 ug según la natura leza química del cromo contenido en los distintos alimentos. (2)

Recientemente se ha subrayado la volatilidad de ciertos compuestos - de cromo contenidos en algunos alimentos. Por esta razón las mues—

tras destinadas al análisis se deben preparar a bajas temperaturas.

Para determinar la presencia de cromo en cantidades pequeñas (trazas) se recomienda el uso de la espectroscopía de absorción atómica sin — llama siendo ésta una técnica sensible y segura.

Recomiendase intensificar los trabajos en la determinación de la estructura química de los compuestos de cromo presentes en los alimentos y la cantidad de este elemento disponible en los mismos.

Conviene pues esforzarse en obtener técnicas seguras para el análisis de dicho elemento.

En el campo industrial y especialmente en plantas alimenticias, es im portante evitar el uso de productos cromados en las torres de enfriamiento o en cualquier otro tipe de maquinaria, pues ello llevaría a una contaminación directa del producto.

# HIERRO

El grupo mixto FAO/OMS de Expertos en Necesidades de Hierro ha basado sus recomendaciones relativas al hierro en la cantidad de hierro absorbido a distintas edades en los dos sexos y en el tipo de alimentos habitualmente consumidos. El siguiente cuadro muestra las Ingestas diarias
de hierro recomendadas: (5)

			Ingestas recomendadas según el tipo de régimen		
		Absorción de hierro necesaria	Menos del 10% del aporte ca 15rico provie ne de alimentos de origen animal.	calórico - proviene -	porte ca- lórico proviene
		(mg)	(mg)	(mg)	(mg)
Lactarites	0-4 meses	0.5			
Niños	1-12 alios	1.0	10	7	5
Adolesc. (varones)	13-16 años	1.8	18	12	9
Adolesc. (hembras)	13-16 años	2.4	24	18	12
Mujeres menstruan tes		2.8	28	19	74
Hombres		0.9	9	6	5

# MANGANESO

Hasta ahera nunca se han observado signos de falta absoluta o relativa de Manganeso en el ser humano, cualquiera que sea su edad, y por consiguiente se ignora cuáles pueden ser sus manifestaciones.

Tampoco se conocen las necesidades mínimas de Manganeso en el hembre, aunque pueden obtenerse algunas estimaciones provisionales.

Encuestas efectuadas en algunes países sobre el régimen alimenticio de los adultos indican que el aporte de Manganeso varía entre 2.0 y 8.8 Mg/día. (2)

Nunca se han observade en el hembre casos de intoxicación por Mangane so debidos a un aporte alimentario excesivo. Esta forma de intoxicación parece prácticamente imposible, excepto en los casos de contaminación industrial. La intoxicación crónica solo se produce en los mineros que han trabajado largo tiempo con mineral de Manganeso; en estes casos el Manganeso presente en el medio contaminado penetra en el organismo, sobre todo en forma de partículas de óxido, a travás de los pulmones y del tubo digestivo. Los pulmones actúan al parecer como un dispositivo a partir del cual se absorbe constantemente el Manganeso. En los casos graves, el cuadro psiquiátrico es parecido al de la esquizofrenia y conduce a una invalidez permanente causada por un trastorno neurológico semejante desde el punto de vista clínico a a la parálisis agitante o enfermedad de Parkinson.

#### NIQUEL

En el caso del níquel, la posibilidad de una carencia espontánea en el hombre no parece tener ningún interés práctico.

Existe un amplio margen entre las concentraciones necesarias y tóxicas de Níquel. No se ha señalado hasta ahora ningún caso de intoxica ción humana atribuible a la contaminación de los alimentos por este metal. (2)

Convendría precisar mejor la función metabólica del níquel en el hombre, así como evaluar el contenido y la disponibilidad de ese elemento en los preductos alimenticios.

### PLOMO

Referente al Plomo se sabe que no ejerce ningún efecto beneficioso o deseable sobre la nutrición.

El Comité Mixto FAO/OMS de Expertos en Aditivos Alimentarios en su —
16a. Reunión ha adoptado la concentración sanguínea de plomo tolera—
ble de 40 ug/100 gr, ésto en los trabajadores semetidos a una fuerte
exposición industrial. (3)

Se ha determinado que los admitos absorben el 10% aproximadamente del plomo contenido en los alimentos, siendo posible mayor la absorción en individuos que ingieren poco calcio o que padecen una carencia de hierro. En la ingestión de Plomo influye también la contaminación de la atmósfera por ese elemento.

Debido a que este elemento tiende a acumularse en el erganismo y que su absorción puede aumentar es preferible mantener los niveles más - bajos posibles en el aporte alimentario; figurando la anemia, tras-tornos neurológicos y la insuficiencia renal entre los principales e fectos tóxicos del plomo. (2)

#### CINC

Las necesidades alimenticias de cinc están en relación con las cantidades requeridas por el crecimiento, la reparación de los tejidos y la excresión obligatoria.

En el adulto, la concentración de Cinc en los tejidos magros es aproximadamente de 30 mg/gr y el contenido total de cinc en el organismo varía entre 2 y 3 gramos, encontrándose la mayor parte de este elemen to en el tejido ôseo. (2)

Al parecer, existe un amplio margen entre las cantidades de Cinc nece sarias para cubrir las necesidades nutricionales y las dosis tóxicas. Según las observaciones clínicas efectuadas en enfermos tratados con Cinc por presentar trastornos de la cicatrización, el hembre puede ab sorber unos 200 mg de Cinc elemental en dosis diarias fraccionadas du rante largos períodos sin que aparezcan efectos tóxicos.

Una buena fuente de Cinc son los productos alimenticios de origen animal. La carme de buey y de cerdo pueden contener de 20 a 60 ug/g y la leche de 3 a 5 ug/g. El pescado y los mariscos en general, más de 15 ug/g. (2)

Entre los procesos patológicos del hombre que son consecuencias de insuficiencia de Cinc, están el retraso del crecimiento y mala cicatrización de las heridas.



# INTRODUCCION

Los métodos descritos en este trabajo resultan ser eficientes y exactos en las determinaciones efectuadas; pudiendo también ser aplicados a c—tros metales no incluidos en este Seminario.

### CONCLUSIONES

# 1. ARSENICO

En algunos pesses es una práctica corriente añadir compuestos orgânicos de Arsênico a los piensos de las aves de corral y de los cerdos pera estimular el crecimiento de estos animales. Por ello se trató de ce terminar la concentración de Arsênico en la carne animal, pero se presentaron algunas dificultades en el análisis de ese elemento, debido a que en este método, la línea analítica para Arsênico se encuentra en la longitud de onda más baja utilizada, correspondiendo a la zona de ultravioleta lejano. En ese rango gases atmosféricos o de combustión absorben parte de la radiación, siendo necesario el uso de una lámpara más brillante; por esto se recomienda usar una lámpara de descarga, collama Argón-Hidrógeno, uso de corrector de Deuterio o canaleta.

Pero el mejor sistema para la determinación de este elemento por medio de Absorción Atômica es la formación de Hidruros, esto se debe a que el Arsênico es un elemento que reacciona fácilmente con el Hidrógeno para generarlos.

En estas muestras no fue posible detectar Arsênico por no contar con el equipo necesario.

# 2. COBRE

Se conoce que ciertos sistemas enzimáticos dependientes del cobre participan intimamente en el metabolismo del Rierro y ello explica las dificultades con que a menudo se tropieza para establecer una distinción entre las anemias causadas por la carencia de uno u otro de esos elementos en la alimentación.

En los datos obtenidos las concentraciones de cobre y hierro están entre los rangos de tolerancia. Sin embargo en las muestras de leche se
ve que los resultados para el análisis de cobre varían de 0.8 a 0.9 p.
p.m., este contenido tiene influencia significativa en el sabor, esto
puede deberse al tiempo de refrigeración al cual ha sido expuesta, aunque algunas muestras en este nivel no presentan un sabor efectivo.

# 3. GROMO

Para determinar trazas de este elemento en las muestras es conveniente el uso de una técnica bastante sensible y segura como es la espectrosco pía de absorción atómica sin llama. Aunque en las muestras analizadas no se usó esta técnica, se obtuvieron datos para algunas de ellas, los cuales possen un rango de tolerancia permisible, debido a que las reacciones tóxicas del cromo trivalente se llevan a cabo solamente a dosis muy altas.

En algunos cases la contaminación por cromo proviene principalmente del uso de productes a base de cromatos para el tratamiento de aguas de torres de enfriamiento existentes en casi todas las plantas alimenticias.

# 4. NIQUEL

El contenido de este elemento se crató de determinar en Aceites Vegetales, ya que es usado como catalizador en la hidrogenación catalítica.

Los datos para trazas no pudieron ser obtenidos debido a que el solvente utilizado fue el noetato de etilo y no el acetato de isoamilo, como
se recomendaba en la preparación de la muestra. Además se recurrió al método de adiciones y no se logró obtener lectura en el aparato. Esto puede haber ocurrido por no usar el solvente apropiado, ya que para seleccionar dichos solvegtes, éste debe cumplir varies criterios: (6)

- a) Debe disolver completemente la sustancia grasa a ser analizada.
- b) Debe ser capaz de disolver las sales de los metales presentes en al material a analizar.
- c) Debe ser capaz de disolver la sal de Lantano usada.
- d) Para determinación de trazas deberá contener mínima cantidad posi-ble del ion metálico a determinarse.

Otra causa por la cual no se pude ebservar ninguna medición pude ser debida a falta de accesorios en el aparato; obtenióndose de esa manera
mayor eficiencia en el método, no importando que la muestra sea muy -viscosa.

# . MANGANESO

Se conoce que en el hombre nunca se han observado casos de intexicación debidos a un aporte alimenticio excesivo de este elemento; la intexicación es prácticamente imposible. En las muestras determinadas se llevó

a cabo este análisis para un mejor conocimiento de esta técnica.

# 6. P L O N O

Es conocido que este elemento no ejerce ningún efecto beneficioso en la nutrición.

Junto con el cromo y el arsénico, son de los elementos más tóxicos para los humanos y animales y por lo tanto su control tendrá que ser más riruroso en los alimentos. Por el momento los niveles de contaminación de plomo en los alimentos estudiados no rebasan los límites máximos, pero no por ello deben descuidarse.

## 7. CINC

Aunque no se trata de un elemento tóxico, se le hizo el mismo control — que a los anteriores para tratar de establecer normas de calidad de los alimentos en lo que a trazas de metales se refiere.

## II. RECOMENDACIONES GENERALES

Es recomendable adoptar medidas para intensificar los estudios sobre las relaciones entre los elementos que se encuentran en niveles bajos y las enfermedades que su carencia o exceso ocasionan. Existe el caso de muschos elementos los cuales son necesarios en cantidades tan pequeñas y las técnicas de análisis correspondientes tan complejas que sólo los investigadores con un conocimiento muy especializado de la química están en condiciones de estudiar.

1. La fiscalización a que deben someterse los alimentos al ser objeto —

de una evaluación toxicológica establece prácticamente su inocuidad,

debiendo analizarse los posibles peligros que el empleo de un alimento

pueda presentar para el consumidor; es decir que debería prestarse con

sideración a la evaluación de los peligros de intoxicación que puedan

derivarse por la presencia en los alimentos de oligoelementos tóxicos

así como también del uso de disolventes, auxiliares de la elaboración,

materiales de envase, etc.

Debido a esto se recomienda:

- a) Establecer un control de calidad de los productos alimenticios existentes en el mercado nacional.
- b) Fomentar y apoyar la creación de centros para el estudio e investigación en esta materia.
- c) Establecer un laboratorio de estudios analíticos sobre los produc-tos alimenticios; que se encargue además, de coordinar los trabajos
  analíticos que se verifican en las diferentes empresas, para obte-ner métodos óptimos de análisis.

- 2. Aunque la selección del método a usarse solamente incumbe al laboratorio en particular, es necesario indicar algunas sugerencias:
  - a) Los métodos colorimétricos suelen ser inespecíficos y están sujetos a numerosas interferencias por lo que su empleo debe reducirse al mínimo.
  - b) Siempre que sea posible, debe recomendarse el método más sencillo y menos costoso. Los nuevos y mejores métodos deberán tener
    se en consideración, reemplazándose algunos de los métodos de
    análisis anticuados e inexactos. La espectroscopía de absorción
    atómica da buenos resultados para determinar muchos elementos
    de transición y, en el caso de varios de ellos, el horno de electrodos de grafito permite aumentar grandemente la sensibilidad de análisis.
  - c) En el caso de las muestras de referencias normalizadas, antes -de certificar su contenido en dichos elementos habrá que analizarlas al menos por dos métodos fundamentalmente distintos y --que comprendan diferentes modos de preparación de la muestra.
  - d) El uso del método de absorción atômica expuesto ha ampliado c aproximado la sensibilidad hasta los límites necesarios para es tos estudios.
- 3. Es recomendable que las Organizaciones estatales existentes en el país establezcan y coordinen un programa que obtenga datos sobre el contenido de elementos metálicos tóxicos en los productos ali menticios, dando la máxima prioridad al análisis de leche, la cual



constituye la base de la alimentación.

4. Se recomienda evitar la contaminación de los productos alimenticios con plomo, e iniciar un estudio exhaustivo de dicho elemento en carnes y pescado, tratando de definir las causas que origian la contaminación.

## BIBLIOGRAFIA

- 1. ANALYTICAL METHODS FOR ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY, FOODS PRODUCTS.
  Perkin Elmer Corp.,
  Norwalk, Conn., (1964).
- 2. Comité de Expertos FAO/OMS (1973) LOS OLIGOELEMENTOS EN LA NUTRICION HUMANA.

  Serv. Inf. Técn., No. 532.
- 3. Comité Mixto FAO/OMS de Expertos en Aditivos Alimentarios (1972). EVALUACION DE DIVERSOS ADITIVOS ALIMENTARIOS Y DE LOS CONTAMINANTES MERCURIO, PLOMO Y CADMIO. 16° Informe (Reuniones de la FAO sobre Nutrición, Serie de Informes -No. 51; Org. Mund. Salud. Serv. Inf. Técn., No. 505)
- 4. S.W. Frey; DETERMINATION OF CU, FE, Ca, Na, AND K IN BEER. Perkin Elmer Corp.
  Newsletter, Vol. 3.22, (1964).
- 5. Grupo Mixto FAO/OMS de Expertos en Necesidades de Acido Ascórbico, Vitamina D, Vitamina B<sub>12</sub>, Folato y Hierro (1970)
  (Reuniones de la FAO sobre Nutrición, Serie de Informes No. 47; Org. Mund. Salud. Serv. Inf. Técn; No. 452).
- 6. R. Guillarmin; DETERMINATION OF Cu, Mg IN OILS AND FATS.
  Perkin Elmer Corp.
  Newsletter, Vol. 5.11, (1966).
- 7. M.E. Morgan; DETERMINATION OF Cu IN MILK. Perkin - Elmer Corp. Newsletter, Vol 3.9, (1964).
- 8. R.J. Reynolds, B.K. Aldous; ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY. Griffin Company London, 13,15 (1970).
- 9. J. Robinson, L. Vidaurreta; ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA. Departamento de Química, Universidad de Costa Rica 1,11 (1967).
- 10. C. Sandoval Langenegger, F. Rivera Saravia, R. Melara Vallecillos, S. Vilanova Arce, V.M. Segura Lemus; Seminario de Graduación.

  NORMALIZACION DE LA INDUSTRIA ALIMENTICIA EN EL SALVADOR. ESTADO AC-TUAL Y PROYECCIONES EN DESARROLLO. PARTE CUARTA, ESTADO ACTUAL DEL -CONTROL DE CALIDADES EN EL AGUA PARA USOS MUNICIPALES EN LA ZONA ME-TROPOLITANA DE SAN SALVADOR, 109-127 (1970).

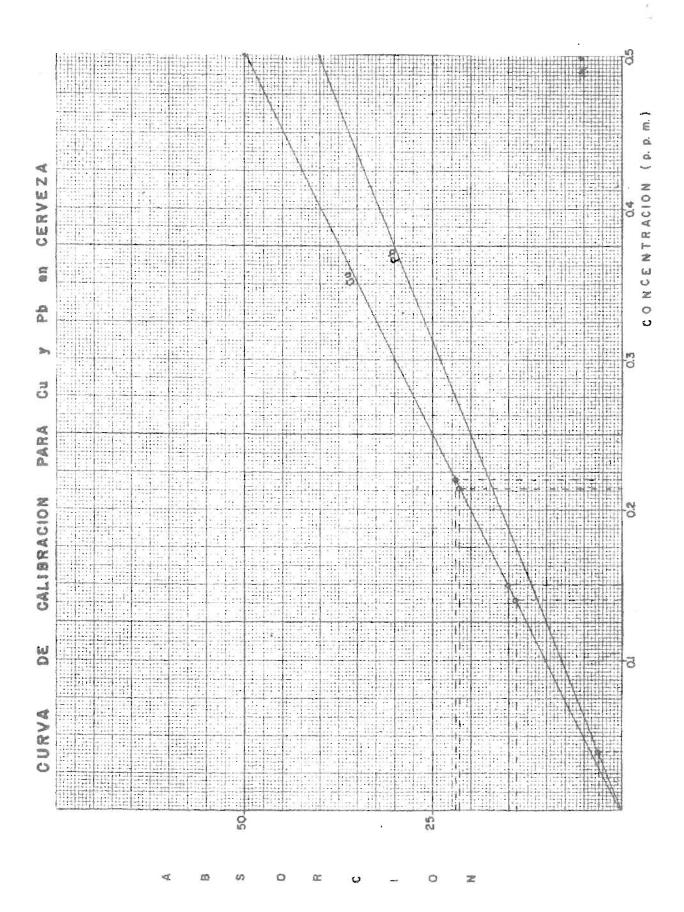
11. W. Slavin; APLICATION OF ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY IN FOODS IN-DUSTRY. Perkin - Elmer Corp.

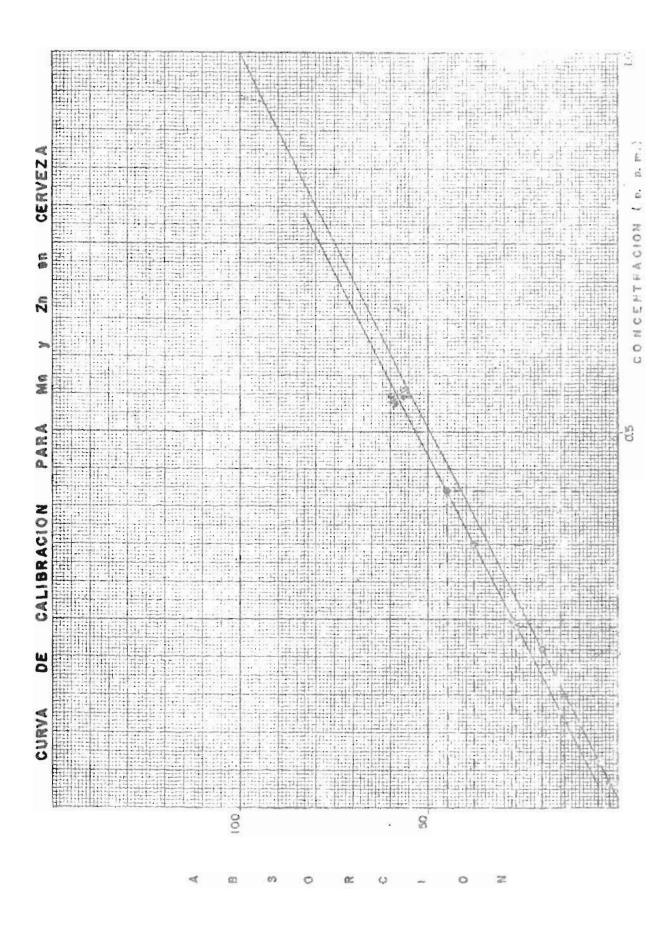
Newsletter, Vol. 4.31, (1965).

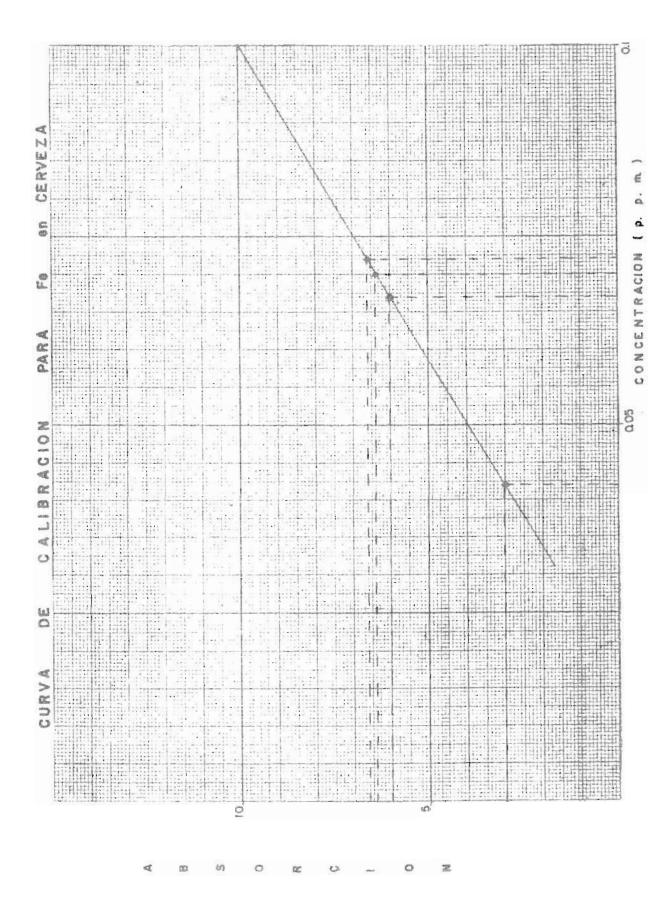
12. H.A. Strobel; CHEMICAL INSTRUMENTATION, Addison - Wesley, Reading Mass (1960).

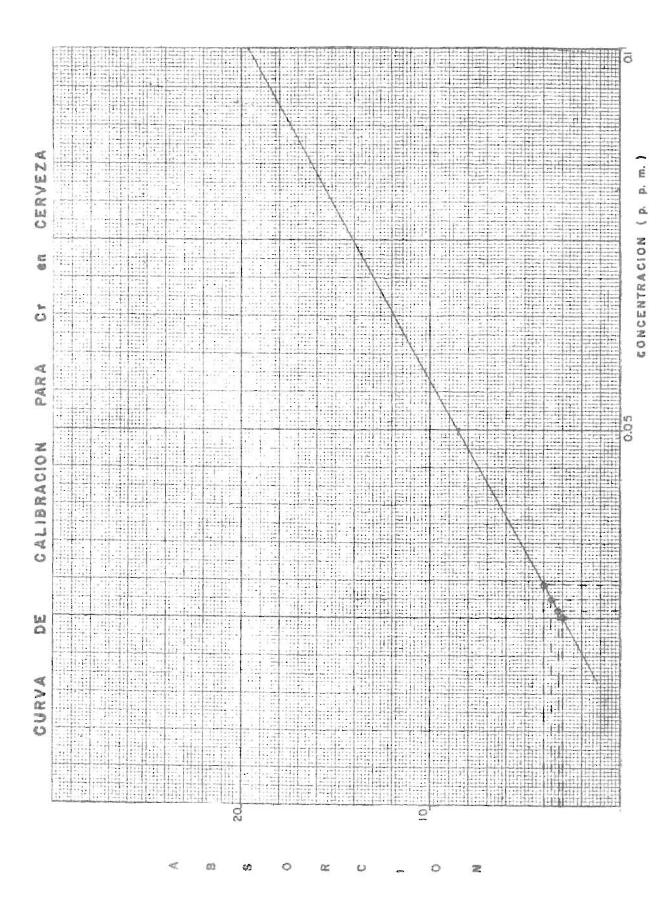
Education of the state of the s

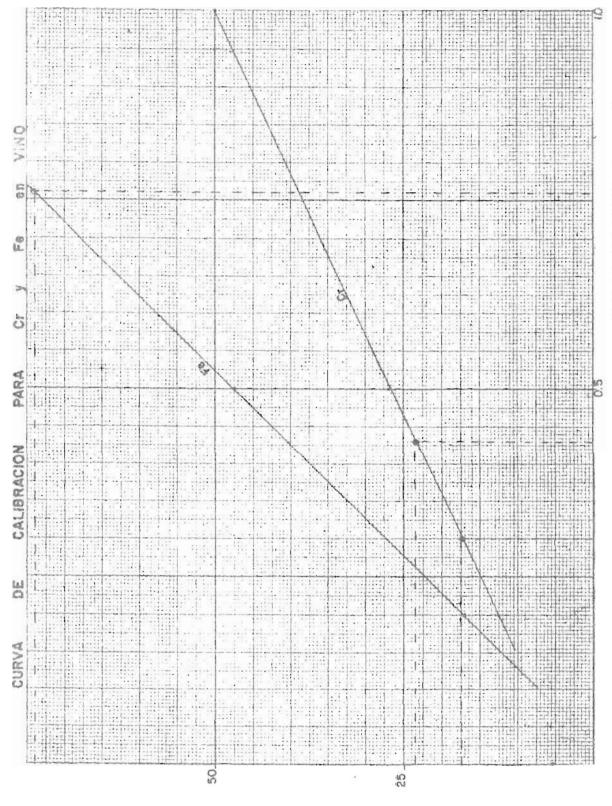
APENDICE

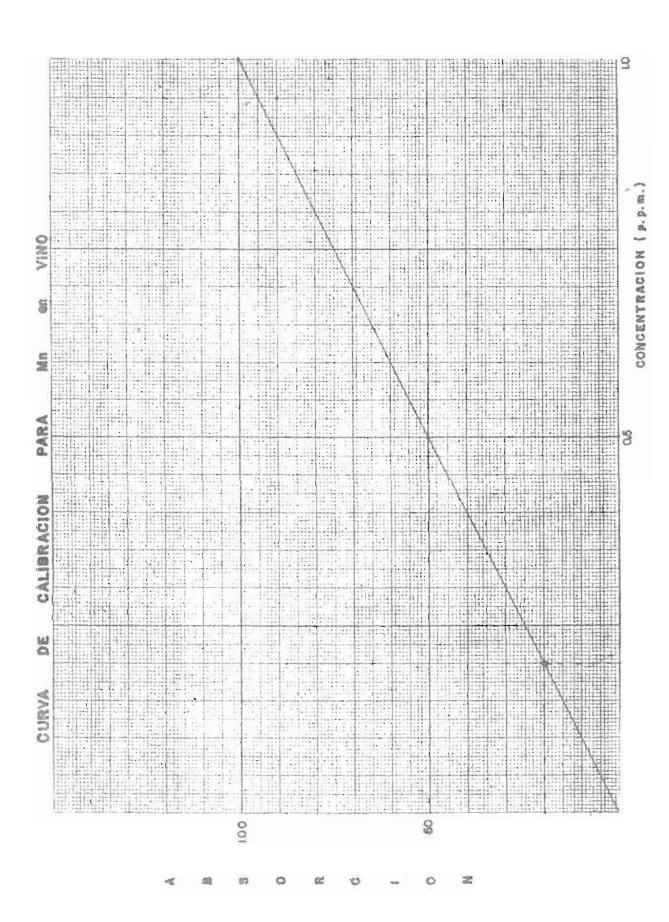




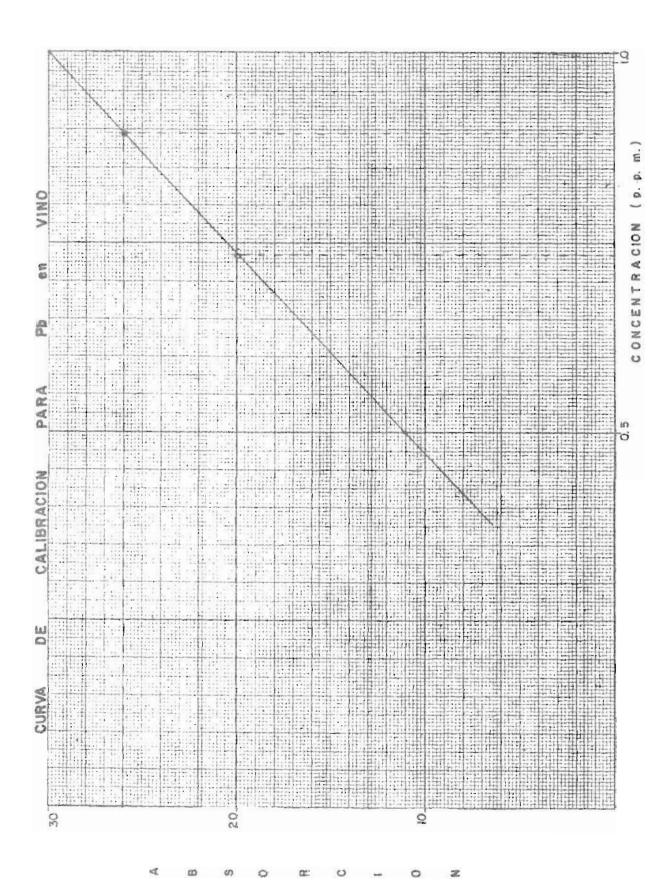


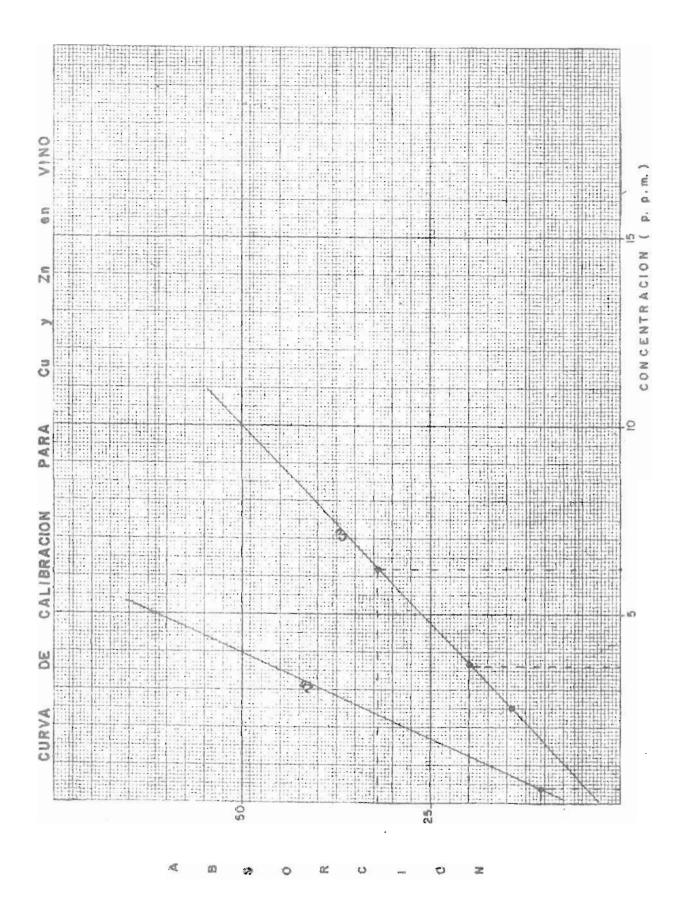


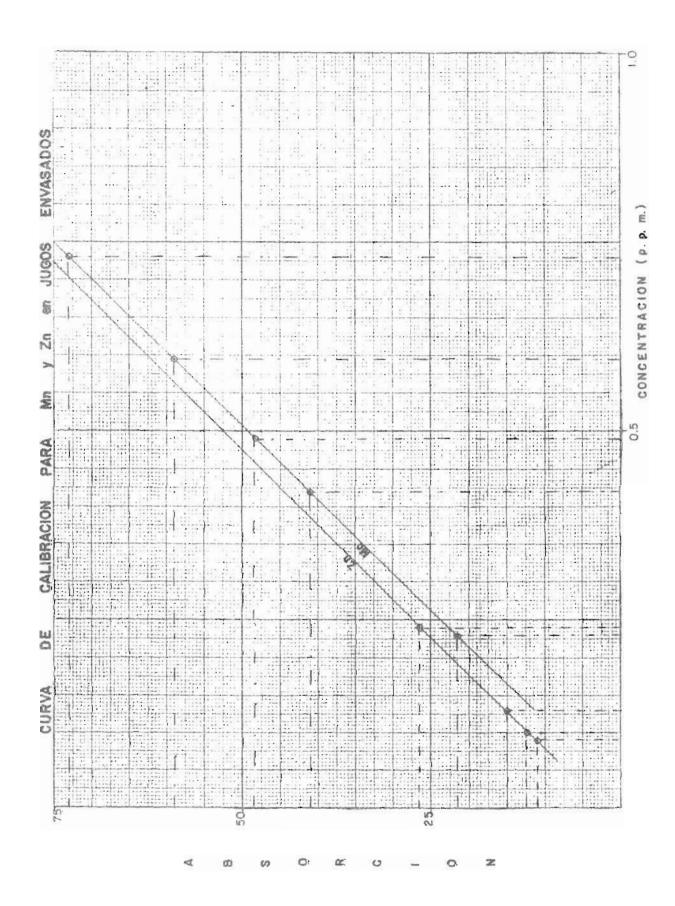




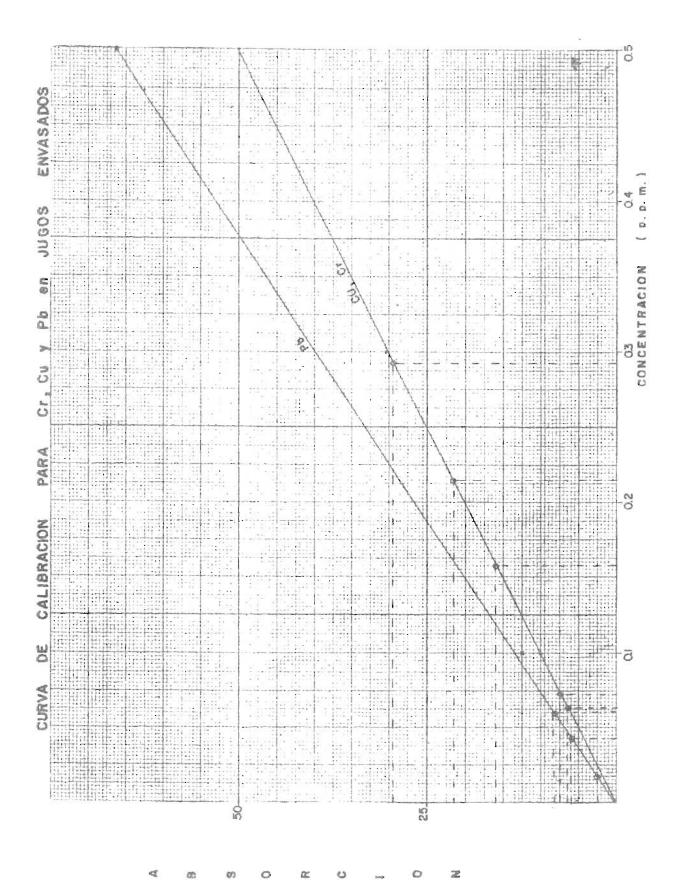
BIBLIOTECA CENTRAL

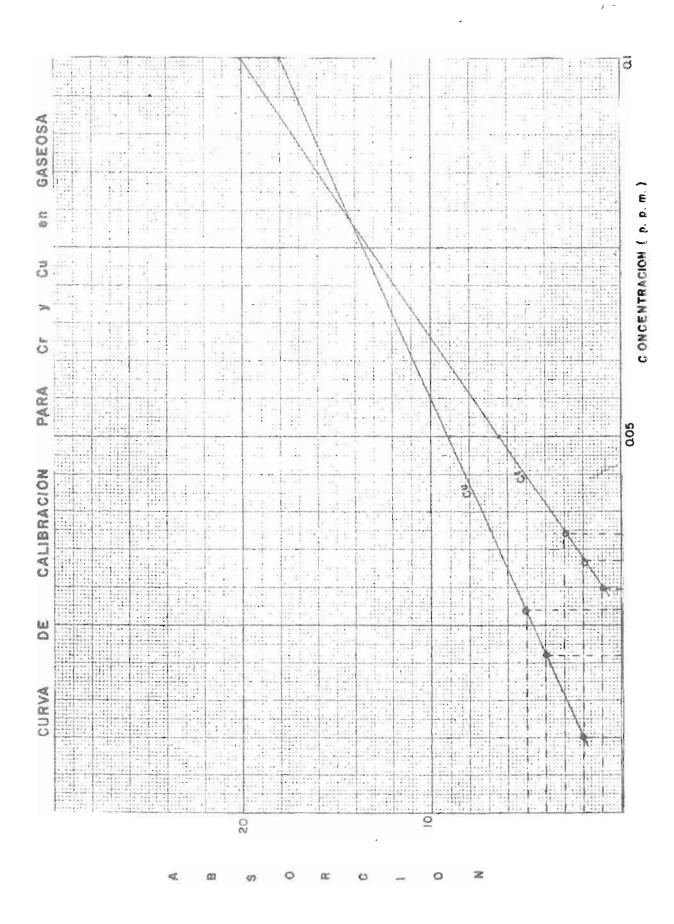




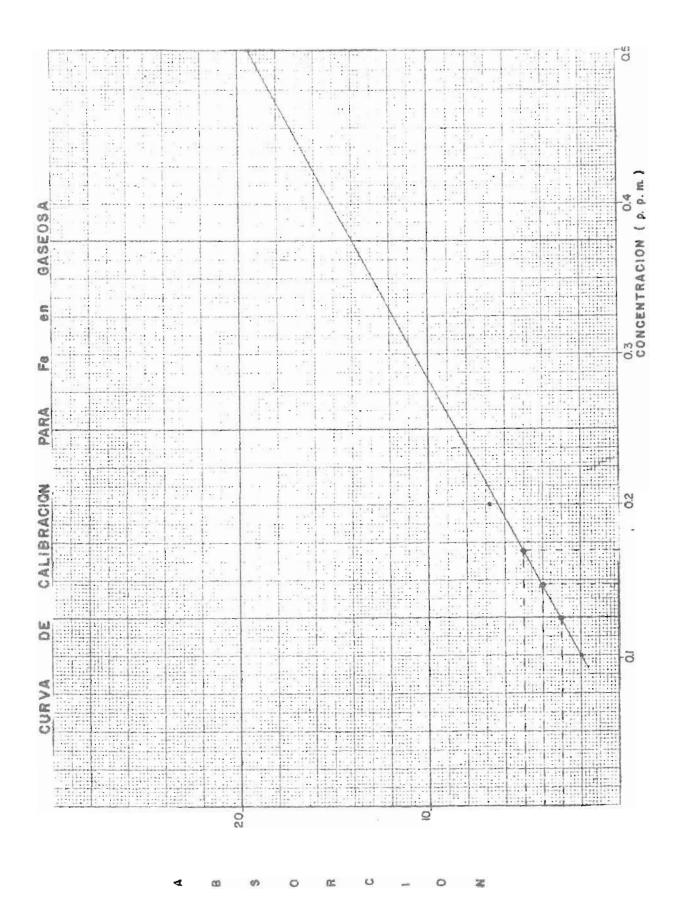


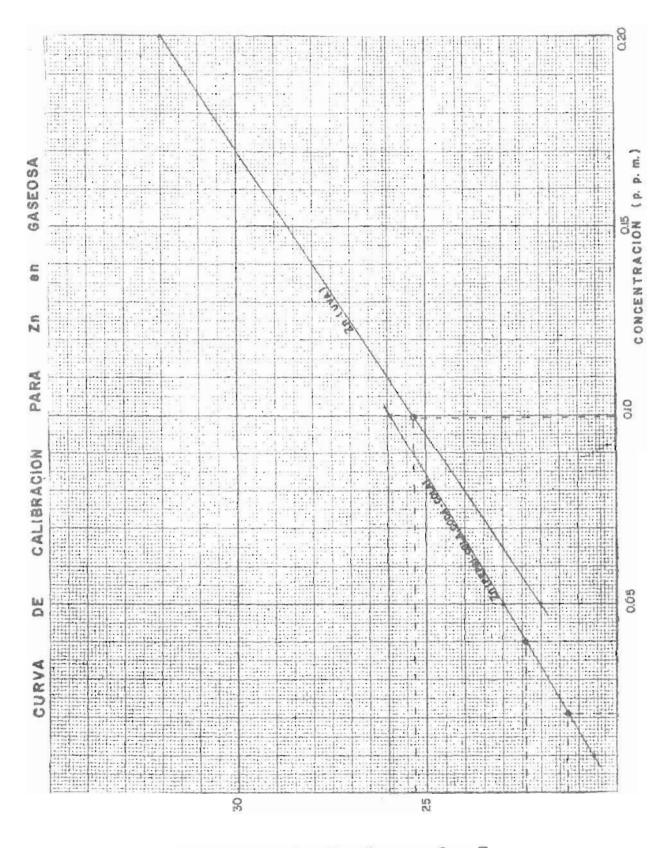
CONCENTRACION ( P. P. m.)

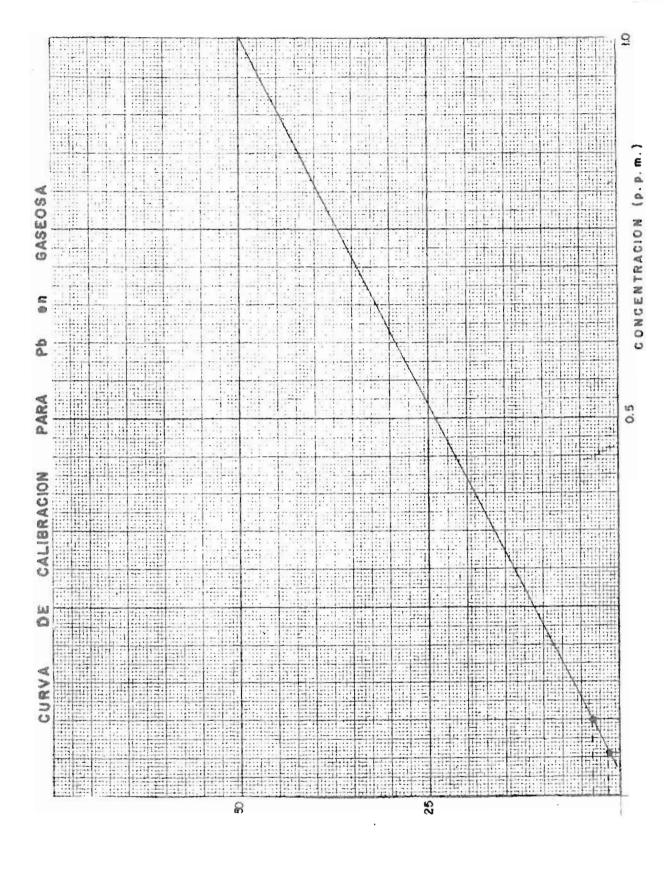




BIBLIOTEGA CENTRAL







4 B S O E O - O Z

BIBLIOTECA CENTRAL