

# Validación de la metodología analítica para la cuantificación de hierro

## por espectroscopia de absorción atómica de llama en alimentos de la canasta básica costarricense

Fecha de recepción: 04/02/2008

Fecha de aceptación: 06/06/2008

Paulina Silva Trejos<sup>1</sup>

### Palabras clave

Residuos, alimentos, hierro, metales.

### Key words

Residues, foods, iron, metals.

### Resumen

Se validó la metodología analítica para la determinación de hierro en alimentos de la canasta básica del costarricense por espectroscopia de absorción atómica con llama. La digestión de las muestras se realizó en recipientes cerrados, con horno de microondas con HNO<sub>3</sub> al 65% m/m, para muestras de 0,5 g, dependiendo del tipo de alimento; las cantidades óptimas de ácido nítrico variaron de 6 a 10 mL, obteniéndose porcentajes de recuperación que variaron de 90,0±0,5% a 106,0±0,5%. El ámbito de linealidad óptimo que se obtuvo fue de 0,05 mg/L a 6,0 mg/L, con

un coeficiente de correlación de 0,9991. Los límites de detección y cuantificación reportados fueron de 0,006 mg/L y 0,009 mg/L, respectivamente. La veracidad se determinó utilizando un patrón certificado de la NIST, SRM 1846 Infant Formula, con un valor reportado para hierro de 63,1±4,0 mg/kg, el valor obtenido fue de 63,8 mg/L, con un porcentaje de error de 1,1%.

### Abstract

The analytical methodology for quantitative determination of iron in foods typical of the costarrican diet by atomic absorption with flame. was validated. The sample digestion was realized by microwave oven in closed vessels using different volumes of 65% m/m nitric acid; the optimum quantity for samples of 0,5 g depends of the kind of food from 6 mL to 10 mL with recoveries from 90,0±0,5 % to 106,0±0,5 % The linearity

1. Profesora e Investigadora de la Escuela de Química, Universidad de Costa Rica Teléfono: 2511-4870, Fax: 2253-5020. Correo electrónico: *stpaulinita@gmail.com*

*... es importante cuantificarlo en los alimentos de la canasta básica de consumo, con la finalidad de determinar cualquier deficiencia de este y prevenir enfermedades en la población.*

range was from 0,05 mg/l to 6 mg/L with a correlation coefficient equal to 0,9991. The detection and quantification limits were  $1,20 \pm 0,02$  and  $4,01 \pm 0,02$ , respectively. The precision was evaluated by determining the repeatability and reproducibility, the results obtained were 0,007 mg/L and 0,009 mg/L, respectively. The trueness was evaluated with NIST SRM 1846 Infant Formula with a reported value for iron of  $63,1 \pm 4,0$  mg/kg, the value obtained was equal to 63,8 mg/L.

## Introducción

El hierro es un mineral requerido por el organismo en cantidades muy pequeñas por lo se considera un micronutriente. Su función en el organismo es la formación de hemoglobina, portadora de oxígeno en la sangre.<sup>2</sup>

Debido a que el organismo requiere una ingesta diaria de hierro, es importante cuantificarlo en los alimentos de la canasta básica de consumo, con la finalidad de determinar cualquier deficiencia de este y prevenir enfermedades en la población.

Los métodos analíticos utilizados frecuentemente para la cuantificación de hierro son el espectrofotométrico de absorción, utilizando el complejo Fe(II)-o-fenantrolina o Fe(III)-tiocianato y la espectrofotometría de absorción de llama u horno de grafito. El método de absorción atómica tiene la ventaja de la alta selectividad y sensibilidad.<sup>3</sup>

El objetivo principal en esta investigación fue la validación de la metodología analítica para cuantificar hierro en alimentos de la canasta básica del costarricense por espectroscopia de absorción atómica de llama, previa cocción de los alimentos y liofilización de estos.

## Sección experimental

Las mediciones se realizaron en un espectrofotómetro atómico marca Varian

SpectrAA, modelo 220Fast Sequential, provisto de una lámpara multielemental para Fe, Cu, Cr, Ni, Mn y Co. Se trabajó a una longitud de onda igual a 248,3 nm y una corriente de 5 mA.

La digestión de las muestras se realizó en un horno de microondas Milestone, modelo ETHOS PLUS; se utilizaron diferentes cantidades de HNO<sub>3</sub> para una masa dada de muestra y un programa de calentamiento para determinar la cantidad óptima de HNO<sub>3</sub> necesaria para la digestión.<sup>4</sup>

Los patrones de hierro para obtener la curva de calibración se prepararon a partir de una disolución patrón, J.T.Baker trazable a la NIST con una concentración de  $1000 \pm 1$  ppm al 5% en HNO<sub>3</sub>. Todos los patrones y las muestras se prepararon con agua desionizada. Los parámetros analíticos evaluados, 248,3 nm, fueron la linealidad, la precisión (repetitividad y reproducibilidad), la sensibilidad y la veracidad.

Las muestras de alimentos se cocieron a la manera habitual de consumo, pero sin agregarles ningún aditivo, como aceite o sal. Para los alimentos sancochados, se utilizó agua desionizada y se cocinaron en horno de microondas hasta suavidad en recipientes plásticos; para los alimentos que se consumen fritos, se cocinaron a la plancha en sartén de teflón. Posteriormente, se homogeneizaron, se tomaron muestras por duplicado para la determinación de humedad, y el resto se liofilizó para tomar las muestras para la digestión y posterior determinación del hierro. El contenido de hierro se reportó en base húmeda, sobre porción de 100 g de alimento.

## Resultados y discusión

A continuación, se presentan los resultados óptimos de digestión y el programa de calentamiento aplicado en cada caso para las diferentes clases de alimentos ensayados.

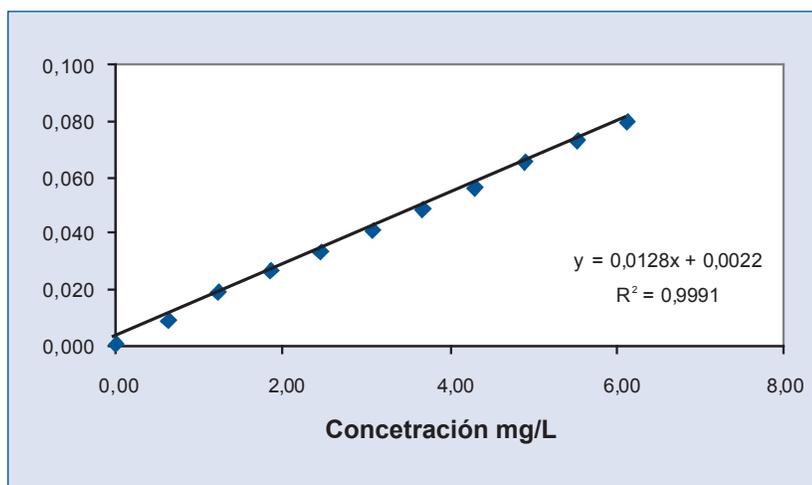
Los resultados de repetitividad y reproducibilidad fueron de 0,022 y 0,030

**Cuadro 1.** Programa de digestión de muestras de alimentos en horno de microondas y porcentajes de recuperación para hierro

Alimento	Masa/g	V/mL HNO <sub>3</sub>	% Recuperación	Etapa 1		Etapa 2		Etapa 3		Etapa 4	
Carnes rojas	0,5	7	98,5±0,5	5 min	180°C	10 min	180 °C				
Cereales/ pan	0,5	10	89,9±0,5	5 min	180°C	10 min	180 °C				
Huevos	0,5	6	99,9±0,5	10 min	180°C	10 min	180 °C				
Lácteos	1	7	98,6±0,5	10 min	180°C	10 min	180 °C				
Legumbres	0,5	8	100,0±0,5	5 min	180°C	10 min	180 °C				
Mariscos	0,5	9	106,0±0,5	5 min	200°C	5 min	200 °C	5 min	220 °C	5 min	220 °C
Pastas	0,5	6	99,0±0,5	5 min	180°C	10 min	180 °C				
Verduras	0,5	9	99,8±0,5	5 min	180°C	10 min	180 °C				

para desviación estándar. La evaluación de la exactitud se realizó con material de referencia certificado 1846 Infant Formula de la NIST, que reporta un valor para contenido de hierro de 63,1±4,0 mg/kg; se obtuvo un valor de 63,8 para un porcentaje de error de 1,1%.

El ámbito de linealidad óptimo se obtuvo para el ámbito con un coeficiente de correlación igual a 0,9991. La sensibilidad fue de 0,0128 para este ámbito de concentración.



**Figura 1.** Curva de calibración para determinación de hierro en alimentos.

## Conclusiones

La validación de la metodología analítica para cuantificar los micronutrientes en alimentos de la canasta básica es sumamente importante, ya que proporciona datos valiosos para la tabla de composición de alimentos del país, y a partir de estos datos es posible detectar insuficiencias o excesos de estos, que pueden degenerar en enfermedades poblacionales que perfectamente pueden corregirse.

## Bibliografía

1. Rebozo, J. "Ingesta dietética y estado de nutrición del hierro en embarazadas según masa corporal". *Rev. Cubana Aliment Nutr.* 2000; 14(1):38-8.
2. Prieto, O.A.; coman@chih1telmex.net. mx: Monografías sobre Nutrición. (1997). Extraído el 1 de setiembre, 2005 de www.monografias.com
3. Castillo, J. "Efectos de la longitud de onda de absorción sobre la sensibilidad, límites de detección y límites de cuantificación en espectroscopia de absorción atómica. *Manual de Instrumental*, Perkin Elmer, 2000.
4. Milestone Microwave Laboratory System: Instruction Manual, 2001.