

# Publicación

## AAS

### Campo de aplicación / ramo industrial:

- Química / industria de polímeros
- Química clínica / medicina / higiene / salud pública
- Electrónica
- Tecnología de semiconductores
- Energía
- Medio ambiente / agua / residuos
- Geología / minería
- Alimentación / agricultura
- Metalurgia / galvanización
- Refinerías / petroquímica
- Farmacia
- Cosmética
- Análisis de materiales
- Otros

## Determinación de mercurio en productos alimenticios – TOPwave y mercur – un poderoso dúo para una analítica segura y fiable

Autor: Oliver Büttel, Analytik Jena AG, Konrad-Zuse-Str. 1, 07745 Jena, Germany

### Introducción

El mercurio se utiliza como medicamento así como para aplicaciones técnicas ya desde la antigüedad, y hoy en día está ampliamente difundido en el medio ambiente debido a su movilidad. El ser humano aún sigue emitiendo enormes cantidades de este elemento tóxico al medio ambiente, ante todo en reacciones de combustión. El mercurio se acumula en la cadena alimenticia, especialmente los compuestos orgánicos (ante todo metilmercurio) se acumulan en tejidos grasos, entrando de esta manera a la cadena alimenticia.

La comprobación de mercurio en productos alimenticios se realiza en la mayoría de los casos tras una digestión química por vía húmeda utilizando la espectrometría de absorción o de fluorescencia atómica.

El arte está, por un lado, en tratar de digerir el material de la muestra sin pérdida alguna. Las pérdidas se producen frecuentemente como resultado de la evaporación a temperaturas de digestión elevadas. En este caso una digestión completa es indispensable para asegurar que compuestos de metilo o etilo no se transformen en compuestos de cloro orgánico fácilmente volátiles después de la digestión.

Por otro lado, se requiere una técnica de detección robusta y eficiente para poder comprobar fiablemente el cumplimiento de los valores límites cada vez más estrictos en los trabajos de rutina diarios. Un flujo de muestras elevado también es prerequisite para la analítica de rutina.

En libros antiguos y en algunas normas [1] se recomienda el uso de vidrio de sílice como material para los recipientes de digestión en lugar de PTFE, ya que con PTFE se pueden obtener resultados de inferior calidad debido a la rugosidad superficial y porosidad del material. Con TFM<sup>TM</sup>-PTFE, un TFM<sup>TM</sup>-PTFE resultante de un prensado isostático especial, hoy en día ya no se producen estos efectos, y normas actuales también permiten el uso de este material [2].

A continuación se demuestra que es posible analizar el contenido de mercurio con suficiente exactitud y de manera reproducible en muestras de productos alimenticios a lo largo de muchos años mediante digestión por microondas utilizando recipientes de TFM<sup>TM</sup>-PTFE de prensado isostático. La impresionante vida útil de estos recipientes reduce claramente los costes de funcionamiento del sistema, y el manejo fácil contribuye a evitar errores y a agilizar el trabajo rutinario en el laboratorio.

### Descripción del aparato y del ensayo:

Todas las digestiones se realizaron con el sistema *TOPwave* (fig. 1) de Analytik Jena bajo utilización de recipientes PM 60 (60 ml, 40 bar, 260 °C). Estos son recipientes de presión macizos,

es decir, el recipiente y la tapa están hechos completamente de TFM<sup>TM</sup>-PTFE resistente a la presión. No se requiere ningún revestimiento y/o tapa de otros materiales plásticos o cerámicos, que sólo son transparentes a las microondas de manera limitada y no son resistentes a los ácidos. Todos los recipientes están compuestos por pocas piezas y por ello se pueden abrir y cerrar rápida y fácilmente. Esto se realiza manualmente sin necesidad de una herramienta especial (fig. 2a, 2b).



Fig. 1: Sistema de digestión por microondas *TOPwave*



Fig. 2a/ 2b: Recipientes flexibles y modulares, uso sin necesidad de herramientas

Este sistema, inclusive recipientes, se utiliza desde hace algunos años en la analítica de rutina de muestras de productos alimenticios. Para la digestión se pesan 250 a 500 mg de material de muestra seco y se digieren durante 15-20 min a 180 °C en una mezcla de ácido compuesta por 5ml HNO<sub>3</sub> y 2ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Los recipientes de digestión están colocados libremente sobre el plato giratorio, por lo que pueden emitir el calor directamente al aire dentro del horno. Por ello, los recipientes ya se enfrían lo suficiente para poder abrirlos sin ningún peligro después de tan sólo 15 minutos. Las muestras son mezcladas con agua bidestilada directamente en recipientes graduados del cargador de muestras y diluidas a 25 ml.

El análisis de mercurio se realiza con el sistema *mercur* (fig. 3) de Analytik Jena, un analizador de mercurio por inyección en flujo, que está basado en el principio de fluorescencia. La técnica de

detección permite realizar determinaciones fiables hasta en el rango de ng/L; pero también concentraciones más elevadas se pueden analizar rápida y fácilmente con ayuda de materiales especialmente seleccionados y una conducción de líquidos y gases optimizada sin sufrir efectos memoria.

Para la determinación de mercurio solamente se necesita un volumen de muestra reducido, así que aún se dispone de suficiente material de muestra para la realización de otras determinaciones de elementos.

Mediante el acoplamiento de un cargador de muestras automático se pueden determinar grandes series de muestras de manera completamente automática y con un mínimo consumo del material de muestra. Gracias al sistema de dilución integrado, también es posible realizar una calibración automática a partir de una solución patrón, así como una dilución automática e inteligente de las muestras.



Fig. 3: Analizador de mercurio por inyección en flujo *mercur*

### Resultados:

Básicamente también es posible determinar con el método de digestión descrito otros metales pesados (aparte de mercurio) contenidos en material vegetal con la exactitud y reproducibilidad necesaria. Esto fue comprobado por medio de una determinación séxtuple de hojas de tomate certificadas (material de referencia NIST 1573a) (véase tabla 1). Las tasas de recuperación para los elementos analizados se encuentran entre el 94 y 106 %, y los límites de determinación en 0,01 y 0,05 mg/kg de sustancia seca.

Elemento	Límite de determinación [µg/g]	Contenido medido [µg/g]	Contenido certificado [µg/kg]	Tasa de recuperación [%]
Cd	0,01	1.52 ± 0.01	1.52 ± 0.04	100
Cr	0,05	1.94 ± 0.23	1.99 ± 0.06	97,5
Ni	0,05	1.49 ± 0.10	1.59 ± 0.07	93,7
Hg	0,001	0.036 ± 0.004	0.034 ± 0.004	106

Tabla 1:  
Análisis de metales pesados en hojas de tomate con TOPwave y recipientes PM 60 (material de referencia NIST 1573a)

En la fig. 4 están representados los resultados del análisis de mercurio en atún certificado (material de referencia BCR-463) desde agosto 2005 hasta julio 2008. La tasa de recuperación media a lo largo de este período es de 93,3% con un coeficiente de variación de 6,4%. En este material de referencia, el mercurio está presente principalmente como metilmercurio (valor certificado 2,85 mg/kg). Esto también demuestra que el metilmercurio es descompuesto por completo con este método de digestión y luego registrado íntegramente en la determinación subsiguiente.

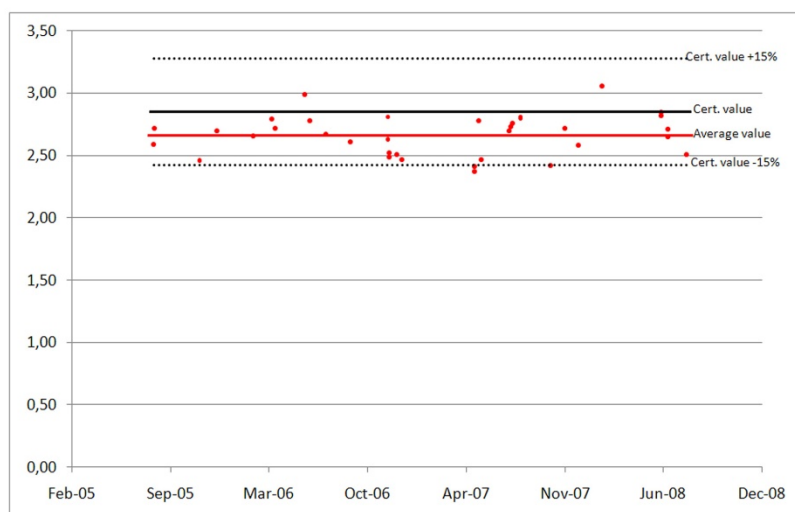


Fig. 4: Análisis de mercurio en atún tras digestión en TOPwave con recipientes PM 60

Los datos demuestran además que con la técnica de digestión y medición descrita es posible obtener resultados de análisis fiables a lo largo de muchos años.

**Resumen:**

Hoy en día se requieren métodos robustos en la analítica de rutina de productos alimenticios y de otras muestras que permitan un alto flujo de muestras, excluyan prácticamente los errores de usuario y garanticen resultados fiables. Los reducidos gastos para el mantenimiento y los consumibles contribuyen a la rentabilidad de esta analítica.

Al utilizar recipientes de presión macizos de TFM<sup>TM</sup>-PTFE, se puede alcanzar una vida útil considerable de tres o más años sin tener que aceptar mermas de calidad significantes. Así es posible reducir los costes de funcionamiento corrientes a la sustitución de piezas de repuesto pequeñas, como p.ej: tapas interiores y discos de ruptura. El método de fabricación innovador le proporciona al material de los recipientes propiedades inigualables en cuanto a estabilidad mecánica y química y a ausencia de contaminación.

El analizador de mercurio *mercur* permite realizar determinaciones fiables incluso de las concentraciones más pequeñas sin ningún despliegue especial de aparatos técnicos. Los controles de calidad integrados, las funciones de lavado, así como el Self Check System (SCS), el cargador de muestras automático y la función de dilución inteligente y automática garantizan un proceso de análisis completamente automático incluso de grandes series de muestras.

**Bibliografía:**

[1] Norma DIN EN 13805, junio 2002, y §35 del código alimentario y de bienes de consumo (LMBG), L00.00-19/1, diciembre 2003

[2] p.ej., norma DIN EN 1483, julio 2007, EPA 3051a y EPA 3052

**Ilustraciones:**

Fig. 1: Sistema de digestión por microondas TOPwave

Fig. 2: Recipientes flexibles y modulares, uso sin necesidad de herramientas

Fig. 3: Analizador de mercurio por inyección en flujo *mercur*

Fig. 4: Analítica de mercurio en atún tras digestión en TOPwave utilizando recipientes PM 60 (material de referencia BCR-463, valor certificado 2,85 mg/kg)

*Impresión y uso posterior permitidos si se hace referencia a la fuente.*

© Copyright 2010, Analytik Jena AG

**Editor:**

Analytik Jena AG  
Konrad-Zuse-Straße 1  
07745 Jena

Teléfono +49 (0) 36 41 - 77 70  
Fax +49 (0) 36 41 - 77 92 79

www.analytik-jena.com  
info@analytik-jena.com