

Publication

AAS

Fields of Application / Industry:

- Chemistry / Polymer Industry
- Clinical Chemistry / Medicine / Hygiene/ Health Care
- Electronics
- Semi-Conductor Technology
- Energy
- Environment / Water / Waste
- Geology / Mining
- **Food / Agriculture**
- Metallurgy / Galvanization
- Refineries / Petrochemistry
- Pharmacy
- Cosmetics
- Material Analysis
- Others

Determinación del contenido de plata en helado – Control de productos alimenticios con Direct Solid Sampling HR-CS AAS

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

Introducción

El efecto bactericida de plata se conoce ya desde hace mucho tiempo. Ya en el siglo XIX los médicos utilizaban plata para el tratamiento de heridas y para la desinfección. También el uso de la plata para la desinfección de agua potable se deja documentar en épocas precristianas: la costumbre de arrojar monedas a un pozo de agua no solamente traía buena suerte, sino también una mejora de la calidad del agua. Además, en los hogares se acostumbraba durante mucho tiempo a colocar una moneda de plata en las jarras de leche para que la leche se mantuviera fresca durante más tiempo. Con el desarrollo de refrigeradoras, desinfectantes y antibióticos, el efecto antimicrobiano de la plata cayó cada vez más en el olvido. Recién hace poco tiempo se han vuelto a descubrir las ventajas de la plata y a apreciar su uso en múltiples campos de aplicación. Hoy en día se utiliza la plata en la mayoría de los casos como bactericida en forma coloidal o iónica, pero también en forma de recubrimientos o nanopartículas que están integradas, por ejemplo, en la ropa, artículos de uso, mangueras de uso médico, instrumentos y compresas e incluso en cartuchos filtrantes para el tratamiento del agua. También en el transbordador espacial de la NASA se utiliza plata para el tratamiento del agua potable.

El efecto bactericida se basa en varios mecanismos. La plata inhibe la división celular así como el transporte de nutrientes en la célula y desestabiliza las paredes celulares y membranas. Así es posible matar con seguridad incluso cepas bacterianas resistentes a los antibióticos.

En la elaboración de productos lácteos se tiene que poner especial atención a procesamientos asépticos, ya que estos productos son un medio de cultivo ideal para las bacterias. Por esta razón los establecimientos de transformación de leche son controlados regularmente por los órganos de vigilancia competentes. El enfoque está en el control microbiológico de los productos, un indicador de la limpieza y desinfección cuidadosa de los medios de producción utilizados. Pero también si los aparatos han sido desinfectados concienzudamente y se producen productos impecables en sentido microbiológico, se tienen que eliminar por completo los restos de desinfectantes después de la limpieza para que no se encuentren en el producto final. Para asegurar esto, la plata contenida en los productos de limpieza es utilizada como marcador. Si se comprueba la existencia de plata en el producto, quiere decir que el desinfectante no ha sido eliminado del todo y que la limpieza de los aparatos no fue suficientemente exhaustiva.

Como no es posible analizar directamente los productos lácteos, como el helado, con los métodos analíticos habituales, es necesario realizar una digestión de las muestras con utilización de ácido antes de que puedan ser analizadas con métodos de la espectrometría atómica. Estas digestiones, que en la mayoría de los casos se efectúan en sistemas de digestión asistidos por microondas, limitan, sin embargo, el volumen de muestras que se pueden procesar en el

laboratorio, ya que sólo es posible procesar muy pocas muestras a la vez. Además se requiere mucho tiempo y mucho personal para estas tareas, así que solamente se puede analizar un número de muestras muy reducido por día.

solid AA[®] – un método de detección rápido

El análisis directo de sustancias sólidas mediante EAA en horno de grafito evade las desventajas de la preparación de muestras clásica, ya que es posible introducir sustancias sólidas así como materiales pastosos directamente en el tubo de grafito y analizarlos directamente sin ninguna clase de preparación previa. El cargador de muestras sólidas completamente automático SSA 600L (fig. 1), el cual está disponible como accesorio para todos los sistemas de tubo de grafito de Analytik Jena, es la herramienta ideal para el análisis automatizado de hasta 84 muestras. Y como además se suprime la dilución inevitable de la muestra en una digestión, es posible detectar con solid AA[®] incluso las más diminutas concentraciones de plata.

Una muestra de helado de 15 – 20 mg es dosificada sobre un portamuestras especial de grafito y luego pesada de manera completamente automática en una microbalanza integrada. La calibración de punto único con una solución patrón, la adición de un modificador de analito, en este caso de nitrato de paladio, así como el transporte hacia el interior del tubo de grafito y luego de vuelta hacia el plato de muestras es realizado por el SSA 600L sin necesidad de que el usuario intervenga. Los portamuestras reutilizables están inmediatamente listos para el siguiente análisis. El programa de temperatura del horno de grafito (tabla 1) sustituye en este caso la mineralización previa de la matriz de muestras orgánicas. Después de que la muestra haya sido secada cuidadosamente, se eliminan los compuestos orgánicos mediante una incineración con oxígeno. A continuación siguen las fases de pirólisis, atomización y calcinación habituales.

Fase	Temp. [°C]	Rampa [°C/s]	Tiempo de mantenimiento [s]	Gas
Secado	120	6	15	Argón
Secado	150	5	15	Argón
Secado	200	5	15	Argón
Incineración	350	25	20	Argón-O ₂
Incineración	450	25	20	Argón-O ₂
Incineración	600	25	20	Argón-O ₂
Lavado	600	0	10	Argón
Pirólisis	850	100	10	Argón
Atomización	2000	1200	4	Stop
Calcinación	2500	500	5	Argón

Tabla 1: Programa de temperatura

Resultados

La determinación directa del contenido de plata en helado con ayuda del solid AA[®] sirve, dentro del marco del control oficial de productos alimenticios, como método de detección rápido, simple y seguro, con el cual se puede analizar un gran número de muestras en muy poco tiempo. Las muestras, en las que se ha detectado un elevado contenido de plata, pueden ser seleccionadas sin mucho trabajo y luego analizadas con métodos más amplios y completos.

Como los productos lácteos ya son homogeneizados durante la elaboración, incluso muestras pequeñas pueden ser consideradas como representativas, de manera que determinaciones simples o dobles tienen suficiente valor informativo acerca de la calidad de un producto. Esto es documentado por la buena repetibilidad de una determinación realizada diez veces (tabla 2). La alta sensibilidad de medición del método posibilita determinaciones precisas en el rango de $\mu\text{g}/\text{kg}$ (tabla 3) y el gran flujo de muestras permite un control completo de los establecimientos de transformación de leche de donde provienen las muestras.

Los transcurso de señales (fig. 2) y los espectros de absorción 3D de resolución temporal y resolución por longitud de onda (fig. 3) de las muestras no muestran ninguna clase de interferencias espectrales. La ausencia de interferencias no espectrales y, por consiguiente, la exactitud del método han sido confirmadas con ayuda de muestras impurificadas (tab. 3).

El análisis directo de muestras sólidas mediante la EAA en horno de grafito resulta ser un método de detección rápido, sencillo y fiable para esta clase de aplicación. La espectrometría "High-Resolution Continuum Source AAS" proporciona una flexibilidad ilimitada en la selección de elementos y longitudes de onda, ya que en este método se utiliza una fuente de radiación continua en lugar de una fuente de radiación específica de un elemento, la cual es capaz de cubrir toda la región del espectro que es relevante para la EAA. Gracias al uso de un espectrómetro de alta resolución y de un detector CCD, por primera vez es posible en la EAA representar y evaluar espectros de absorción de resolución temporal y resolución por longitud de onda de las muestras. De esta manera se pueden detectar de inmediato interferencias espectrales y corregirlas cuando sea necesario.

Muestra	Contenido [$\mu\text{g}/\text{kg}$]	RSD [%], n=10
Helado de pistacho	12,3	4,8

Tabla 2: Repetibilidad de la determinación directa de plata

Muestra	Contenido [$\mu\text{g}/\text{kg}$]	Tasa de recuperación [%]
Vanilla ice cream	1,7	
Vanilla ice cream + 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	12,4	107
Lemon ice cream	< 0,5	
Lemon ice cream + 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	9,7	97
Chocolate ice cream	8,9	

Tabla 3: Resultados de medición y exactitud de algunas muestras de helado



Fig. 1 : Cargador de muestras sólidas completamente automático SSA 600L con opción de líquido

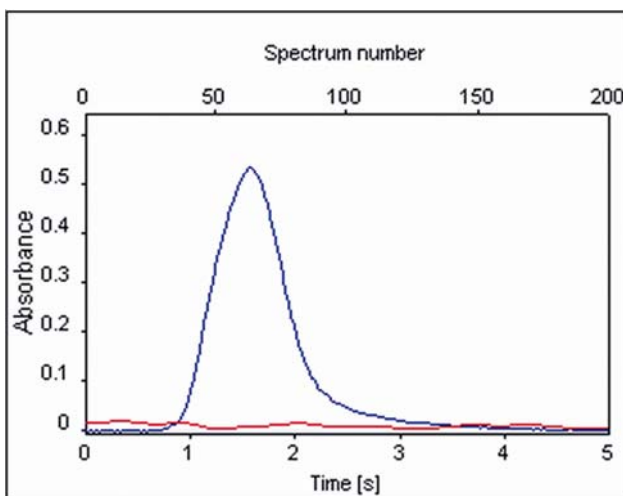


Fig. 2a: Tránsito de señales solución patrón 500 pg Ag

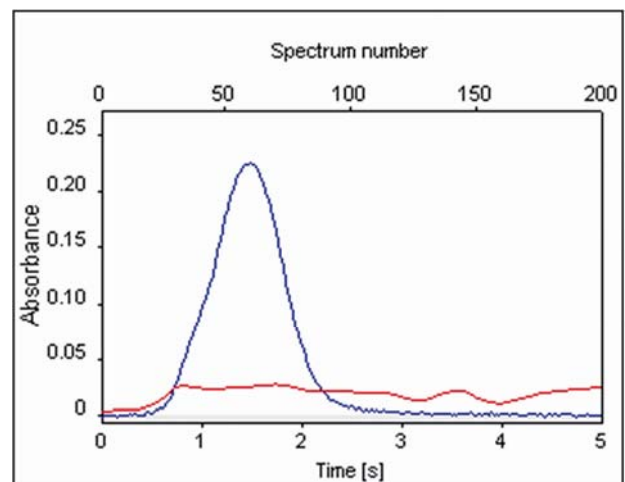


Fig. 2b: Tránsito de señales helado de pistacho (12,3 µg/kg)

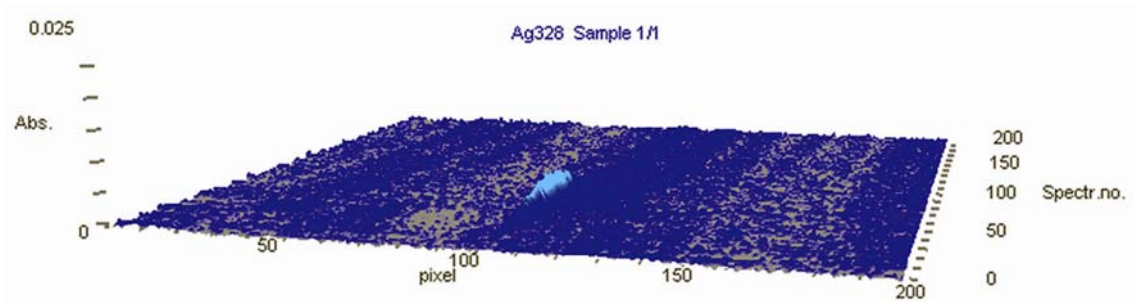


Fig. 3a: Espectro 3D helado de vainilla (1,7 µg/kg)

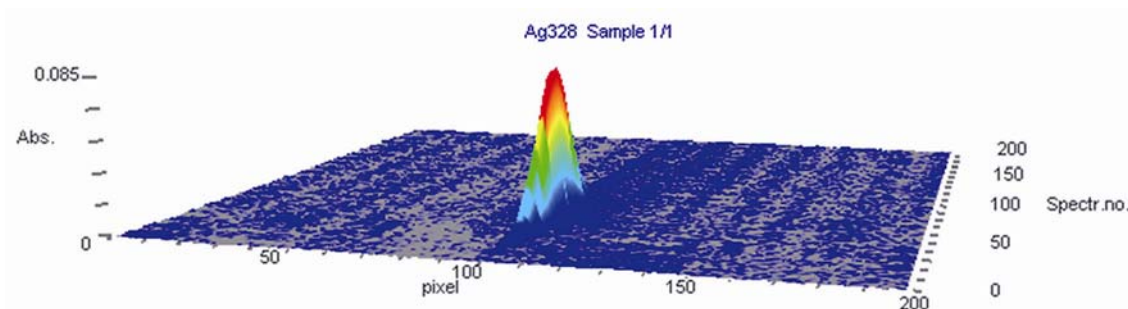


Fig. 3b: Espectro 3D helado de pistacho (12,3 µg/kg)

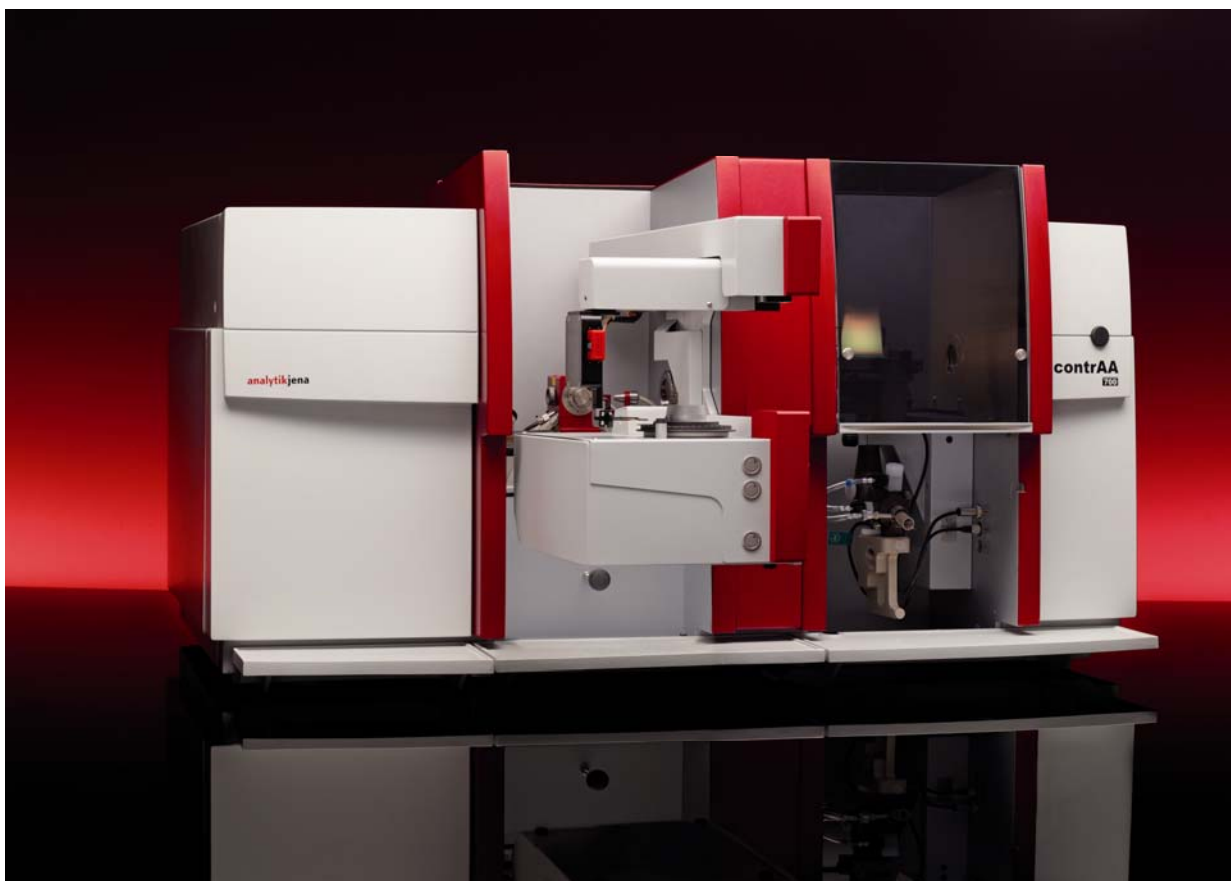


Fig. 4: contrAA 700 – High-Resolution Continuum Source AAS con SSA 600

Printout and further use permitted with a reference to the source.

© 2010 Analytik Jena AG

Publisher:

Analytik Jena AG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena

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

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