

Determinación espectralfotométrica de los niveles de Ca, Mg, K y Na en leche pasteurizada de cabra, consumida en la ciudad de Maracaibo

Controsceri Giovanni

Amaya Roman

Angulo Andrea,

Oberto Humberto

Villasmil Jesús

Campos Jesús

Fernández Denny R

Granadillo Víctor

Laboratorio de Instrumentación Analítica

Universidad del Zulia

vagranadillo@luz.edu.ve

Venezuela-Zulia

Fecha de recepción: 23-01-2014 Fecha de aceptación: 18-02-2014

Resumen

La leche de cabra constituye una alternativa beneficiosa en la alimentación humana, fundamentada en su fácil digestibilidad para los consumidores que son alérgicos a las proteínas e intolerantes a la lactosa de la leche de vaca. Es por ello que el consumo de leche de cabra va en aumento día a día. En este trabajo se presentan las concentraciones de Ca, Mg, K, y Na en muestras de leches pasteurizadas de cabra expendidas en la ciudad de Maracaibo, determinadas mediante las técnicas de absorción y emisión atómica con llama

(FAAS y FAES). Se realizó un muestreo aleatorio, recolectando muestras de leche líquida de cabra ($n=35$), en presentaciones comerciales de 1L. Las muestras fueron digeridas con $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ usando calentamiento a presión atmosférica, con la finalidad de eliminar la materia orgánica, principalmente la grasa. La precisión media general (expresada como DER) fue 0,99%. La exactitud del método se evaluó mediante estudios de recuperación, obteniendo porcentajes promedios entre 95 y 105 %. Los límites de detección ($\text{LD}=3\sigma/m$) obtenidos fueron de 0,027; 0,005; 0,002 y 0,002 mg/L para Ca, Mg, K

y Na, respectivamente. Las concentraciones obtenidas (media \pm DE, mg/L) fueron: Ca, $960,72 \pm 64,32$; Mg, $98,84 \pm 0,12$; K, $1416,51 \pm 23,09$; y Na, $1296,61 \pm 41,44$. Estas concentraciones estuvieron por debajo de los niveles esperados para el calcio, magnesio y potasio, a diferencia del sodio, que se encontró en niveles altos perjudiciales para la salud, sugiriendo posible adulteración con NaCl. Las metodologías aplicadas fueron exactas, precisas y libres de interferencias.

Palabras clave: FAAS; FAES; leche de cabra; minerales esenciales

Spetrofotométrica determinación de los niveles de Ca, Mg, K y Na en leche pasteurizada de cabra, consumida en la ciudad de Maracaibo

Abstract

Goat milk is a beneficial alternative in human nutrition, based on its easy digestibility for consumers who are allergic to proteins and lactose intolerant of cow's milk. That is why the consumption of goat's milk is increasing day by day. In this paper, the concentrations of Ca, Mg, K, and Na are presented in samples of pasteurized goat milk sold in the city of Maracaibo, determined by the techniques of absorption and atomic emission with flame (FAAS and FAES). A random sampling was ca-

ried out, collecting samples of goat liquid milk ($n = 35$), in commercial presentations of 1L. The samples were digested with $\text{HNO}_3 / \text{H}_2\text{O}_2$ using heating at atmospheric pressure, in order to eliminate the organic matter, mainly fat. The overall average precision (expressed as DER) was 0.99%. The accuracy of the method was evaluated through recovery studies, obtaining average percentages between 95 and 105%. The detection limits ($LD = 3\sigma / m$) obtained were 0.027; 0.005; 0.002 and 0.002 mg / L for Ca, Mg, K and Na, respectively. The concentrations obtained (mean

\pm SD, mg / L) were: Ca, 960.72 ± 64.32 ; Mg, 98.84 ± 0.12 ; K, 1416.51 ± 23.09 ; and Na, 1296.61 ± 41.44 . These concentrations were below the levels expected for calcium, magnesium and potassium, unlike sodium, which was found at high levels detrimental to health, suggesting possible adulteration with NaCl. The methodologies applied were accurate, precise and free of interference.

Keywords: FAAS; FAES; goat's milk; essential minerals

Introducción

La leche es una fuente nutritiva importante para la dieta humana, la cual es consumida por personas de todas las edades [Campillo et al., (1998)], la misma está compuesta de grasas, proteínas, vitaminas, azúcares y metales esenciales, entre otros. De estos componentes de la leche, unos de los más importantes son los metales esenciales ya que desempeñan funciones vitales en el cuerpo humano. Entre éstos se encuentran el calcio (Ca), magnesio (Mg), potasio (K) y sodio (Na), [Hussain et al., (2010); Licata et al., (2004); Do Nascimento et al., (2010); Jaffar et al., (2004)]. El consumo de leche de cabra se ha incrementado debido a que constituye una alternativa beneficiosa en ciertos aspectos en la alimentación humana, ya que puede ser consumida por la mayoría de los intolerantes a la lactosa y alérgicos a las caseínas de la leche de vaca. Además de su mayor digestibilidad, debida al menor tamaño de sus glóbulos grasos (Pandya y Ghodke, 2007). Sin embargo, la información disponible sobre la composición de la leche de cabra es escasa, especialmente su contenido de minerales, por lo que es necesario realizar estudios que permitan conocer o actualizar la información nutricional de la misma. La cuantificación de metales trazas debe realizarse con técnicas sensibles, libres de interferencias, con poco tratamiento de la muestra. Entre las técnicas más empleadas se encuentra la espectrometría atómica de llama, en el modo de absorción (FAAS) y de emisión (FAES). Por todo lo expues-

to anteriormente, en este trabajo se realizó la determinación de las concentraciones totales de Ca, Mg, K y Na en leches pasteurizadas de cabra consumidas en la ciudad de Maracaibo empleando la FAAS y FAES.

Materiales y Métodos

Equipos y reactivos

Para la determinación analítica de los metales se utilizó un espectrofotómetro Perkin-Elmer, modelo 2380, en el modo de absorción para Mg y emisión para Ca, K y Na. Las digestiones de las muestras se realizaron con ayuda de una plancha de calentamiento Barnstead-Thermolyne modelo 2200. Los volúmenes se midieron con micropipetas Gilson (Pipetman).

Todos los reactivos utilizados para el desarrollo de esta investigación fueron de grado analítico. Las curvas de calibración fueron preparadas diariamente por dilución de la solución concentrada del metal (100 mg/L) en ácido nítrico 0,01 M. Para la determinación de calcio y magnesio se adicionó una solución de cloruro de lantano (100 mg/L) para evitar interferencias por fosfatos. Las digestiones de las muestras se realizaron con ácido nítrico concentrado (HNO₃, Merck) y peróxido de hidrógeno 30% (H₂O₂, Merck).

Procedimiento

Se recolectaron 35 muestras de leche líquida pasteurizada de cabra de un litro de capacidad (1 L), ex-

pendidas en diferentes puntos de la ciudad de Maracaibo. Las muestras de leche (5 mL) fueron digeridas con ácido nítrico concentrado (2,5 mL) y peróxido de hidrógeno (1 mL) con calentamiento a presión atmosférica y filtrada por gravedad para separar la grasa. Para la determinación analítica de Ca, Mg, K y Na en leche de cabra se aplicaron factores de dilución de 250X. Todas las muestras fueron analizadas por triplicado y leídas por pentaplicado.

Resultados y Discusión

Durante el desarrollo metodológico se evaluaron los parámetros de mérito analítico, tales como: exactitud, precisión, interferencias no espectrales, límite de detección, sensibilidad instrumental, y aplicabilidad de los métodos desarrollados; para garantizar de esta manera la calidad analítica de los mismos. A continuación, se presentan los resultados obtenidos en la optimización de los parámetros analíticos.

La exactitud de los métodos fue evaluada por medio de estudios de recuperación para cada metal. En la Tabla 1, se muestran los porcentajes de recuperación obtenidos para Ca y para Mg. Todos los porcentajes estuvieron dentro del intervalo aceptado internacionalmente (ca. 95-105%). Por lo tanto, los métodos empleados resultaron ser confiables para la cuantificación de los metales en muestras de leche de cabra.

Tabla 1. Estudio de recuperación para la determinación de Ca y Mg en muestras mineralizadas de leche de cabra con HNO₃-H₂O₂ por FAAS y FAES

Metal	Concentración			Recuperación (%)
	Añadida (mg/L)	Esperada (mg/L)	Encontrada (mg/L)	
Ca	1,0	2,875	2,727	94,85
	2,0	3,875	3,734	96,36
	3,0	4,875	4,711	96,64
			$\bar{X} \pm DE$	95,95 ± 0,96
Mg	0,05	0,246	0,249	101,22
	0,10	0,296	0,296	100,00
	0,20	0,396	0,392	98,99
			$\bar{X} \pm DE$	100,07 ± 1,12

En la Tabla 2, se muestra el estudio de precisión en la corrida y entre corridas, expresado como desviación

estándar relativa (DER) en porcentaje. Todos los valores obtenidos se encuentran dentro del intervalo ópti-

mo aceptado internacionalmente (ca. <5%).

Tabla 2. Estudio de precisión para la determinación de Ca, Mg, K y Na en muestras mineralizadas de leche de cabra por FAAS y FAES

<i>Muestra^a</i> <i>Leche de cabra</i>	<i>Media (mg/L)</i>	En la corrida		Entre corridas	
		<i>DE (mg/L)</i>	<i>DER (%)</i>	<i>DE (mg/L)</i>	<i>DER (%)</i>
Ca	3,76	0,0086	0,23	0,0553	1,47
Mg	0,39	0,0024	0,60	0,0027	0,68
K	5,56	0,0809	1,45	0,0488	0,88
Na	4,94	0,0702	1,42	0,0588	1,19

a: Muestra preparada por triplicado y leída por pentaplicado

Los límites de detección (LD=3σ/m, expresado en mg/L) fueron: 0,027; 0,005; 0,002 y 0,002 mg/L para Ca, Mg, K y Na, respec-

tivamente; y la concentración característica (Co, en mg/L) fue de 0,080 y 0,010 mg/L, para Ca y Mg, respectivamente. Estos valores experimen-

tales de LD y Co son similares a los reportados por el fabricante del equipo. Los resultados se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Sensibilidad instrumental y límites de detección para la determinación de Ca, Mg, K y Na por FAAS y FAES

	Ca	Mg	K	Na
L_D , mg/L	0,027	0,005	0,002	0,002
C_o , mg/L	0,080	0,010	-	-

L_D : Límite de detección; C_o : Concentración característica

Se realizó un estudio de interferencias no espectrales mediante el método de adición estándar, comparando las pendientes de la curva de calibración y adición estándar, el error entre pendientes fue de 3,59%, afianzando el uso de curvas de calibración para la cuantificación de las concentraciones metálicas.

Una vez garantizada la calidad analítica de los métodos desarrollados para la determinación de Ca, Mg, K y Na en muestras de leche de cabra mediante técnicas espectrométricas de FAAS y FAES, se determinaron los niveles de dichos metales en muestras de leche líquida pasteurizada de cabra. En la Tabla 4, se detallan

los resultados obtenidos en el análisis de las muestras de leche de cabra. La concentración de Ca obtenida fue de 960,72 mg/L, muy por debajo del valor esperado de 1.450 mg/L para la leche de esta especie animal. Las concentraciones promedio de magnesio y sodio encontradas en las muestras de leche de cabra fueron de 98,84 y 1.296,61 mg/L.

Tabla 4. Concentraciones totales de Ca, Mg, K y Na en muestras de leche de cabra determinados por FAAS y FAES

Metal	Concentración, en mg/L			Intervalo
	$\bar{X} \pm DE$	C.V. (%)	Intervalo Estadístico	Experimental
Ca	960,72 \pm 64,32	6,70	896,40 – 1025,04	899,07 – 1118,01
Mg	98,84 \pm 0,12	0,12	98,72 – 98,96	92,22 – 102,09
K	1416,51 \pm 23,09	1,63	1393,42 – 1439,60	1381,58 – 1463,41
Na	1296,61 \pm 41,44	3,20	1255,17 – 1338,05	1230,77 – 1364,20

En la Tabla 5 se comparan los valores de las concentraciones de Ca, Mg, K y Na obtenidos en esta investigación con los esperados por el Instituto Nacional de Nutrición de Venezuela (INN). Los niveles de Ca, Mg y K estuvieron por debajo de lo reportado por el INN para leche de cabra. A diferencia de la concentración de Na (1296,6 mg/L), que resultó tres veces mayor al valor esperado por el INN de 420,0 mg/L (INN, 1999). Existen grandes diferencias en relación con los datos aportados

por el INN y las concentraciones de metales obtenidas en esta investigación. Por lo que deben evaluarse los diversos factores que pueden influir en la composición de la leche, entre ellos: régimen alimenticio, raza, clima y otros problemas ambientales (Raynal-Ljutovac et al., (2008). Sin embargo, los altos niveles de sodio encontrados pueden deberse a la posible adulteración de la leche empleando agua salada (NaCl), siendo necesario realizar pruebas que permitan conocer si las propiedades fisi-

coquímicas de la leche (conductividad eléctrica y el punto crioscópico) fueron alteradas. La ingesta excesiva de Na en la dieta se asocia con riesgos de hipertensión arterial, y otras enfermedades cardiovasculares [Rodríguez et al., (2002)]. Por lo tanto, es esencial revisar y actualizar la información existente sobre el contenido de minerales y elementos trazas en los alimentos de consumo masivo como la leche.

Tabla 5. Comparación entre las concentraciones obtenidas de Ca, Mg, K y Na en las muestras de leche de cabra analizadas con las reportadas por el INN-Venezuela

Metal	Este estudio (mg/L)	INN (mg/L) ⁷
Ca	960,7	1450,0
Mg	98,8	130,0
K	1416,5	1700,0
Na	1296,6	420,0

Conclusiones

Los niveles de Ca, Mg y K encontrados en la leche de cabra estuvieron por debajo de los valores referenciales del Instituto Nacional de Nutrición. El alto contenido de Na encontrado en las muestras analizadas puede ser perjudicial para la salud de los consumidores. Los métodos aplicados a las muestras de leche resultaron ser confiables, reproducibles y libres de interferencias para la determinación de Ca, Mg, K y Na con la FAAS y FAES.

Agradecimiento

Al personal del Laboratorio de Instrumentación Analítica (LIA) del Departamento de Química de la Facultad Experimental de Ciencias de la Universidad del Zulia, por su apoyo en la realización de las pruebas analíticas.

Referencias Bibliográficas

Campillo, N.; Viñas, P.; López-García, I.; Hernández-Córdoba, M. (1998). Direct determination of copper and zinc in cow milk,

human milk and infant formula samples using electrothermal atomization atomic absorption spectrometry. *Talanta*. 46: 615-622.

Do Nascimento, I.R.; De Jesus, R.M.; Dos Santos, W., Santos Souza, A.; Fragoso, W.D.; Sanches, Dos Reis P. (2010). Determination of mineral composition of fresh bovine milk from the milk-producing areas located in state of Sergipe in Brazil and evaluation employing exploratory analysis. *Microchemical Journal*. 96: 37-41.

Hussain, Z.; Nazir, A.; Shafique, U.; Salman, M. (2010). Comparative study for the determination of metals in milk samples using Flame-AAS and EDTA complexometric titration. *Journal Science Research*. 1: 9-14.

INN. Instituto Nacional de Nutrición. (1999). Tabla de composición de alimentos para uso práctico. Revisión 1999, publicación N° 52. Serie cuadernos azules.

Jaffar, M.; Shah, M.H.; Shaheen, N.; Khaliq, A.; Tariq, S.R.; Manzoor,

S.; Saqib, M. (2004). Pre- and post-expiry metal levels in canned dry milk. *Nutrition & Food Science*. 34 (2): 65-71.

Licata, P.; Trombetta, D.; Cristani, M.; Giofré, F.; Martino, D.; Caló, M.; Naccari, F. (2004). Levels of toxic and essential metals in samples of bovine milk from various dairy farms in Calabria, Italy. *Environment International*. 30: 1-6.

Pandya, A.J.; Ghodke, K.M. (2007). Goat and sheep milk products other than cheeses and yoghurt. *Small Ruminant Research*. 68: 193-206.

Raynal-Ljutovac, K.; Lagriffoul, G.; Paccard, P.; Guillet, I.; Chilliard, Y. (2008). Composition of goat and sheep milk products: An update. *Small Ruminant Research*. 79: 57-72.

Rodríguez, E.M.; Sanz, M.; Díaz, C. (2002). Concentraciones de calcio, magnesio, sodio y potasio en leche materna y fórmulas de inicio. *Archivos Latinoamericanos de Nutrición*. 52 (4): 406-412.