

Validación de la metodología de cuantificación del magnesio por espectroscopia de absorción atómica de llama en la canasta básica de Costa Rica

Validation methodology of quantification of magnesium by atomic flame spectroscopy in the basic food basket of Costa Rica

Paulina Silva Trejos¹ y Ericka Valverde Montero²

¹ Licenciada en Química Analítica y Master en Administración de Empresas con énfasis en Finanzas, Profesora e Investigadora Escuela de Química. Sección de Química Analítica. UCR. stpaulinita@gmail.com

² Licenciada en Química Analítica Escuela de Química. UCR. erickavm@gmail.com

Recibido 24 febrero 2010 Aprobado 19 mayo 2010

RESUMEN

Objetivo: Validar la metodología analítica para la determinación de magnesio en alimentos por espectroscopia de absorción atómica de llama.

Materiales y Métodos: Los alimentos que se consumen cocidos, se cocieron a la manera usual de consumo del costarricense y se les determinó la humedad. La digestión de las muestras se realizó en horno de microondas y se cuantificó el contenido de magnesio por espectroscopia de absorción atómica de llama. La validación de la metodología se realizó con disoluciones patrón de magnesio trazables a la NIST® y con materiales de referencia certificados trazables.

Resultados: El ámbito de linealidad óptimo que se obtuvo fue de (0,021-0,65) mg/L con un coeficiente de correlación de 0,992. Los límites de detección y cuantificación reportados fueron de 0,021 mg/L y 0,037 mg/L, respectivamente. La sensibilidad de calibración fue de 0,688 ALmg-1 y la sensibilidad analítica fue de 215 Lmg-1. La precisión se evaluó en condiciones de repetibilidad, se obtuvo un valor para RDSr igual a 1,1 %. La veracidad se determinó utilizando tres patrones certificados de la NIST®, SRM 1846 Infant Formula con un valor reportado para magnesio de (538±29) mg/kg, SRM 1846 Bovine Muscle Powder con un valor reportado para magnesio de (960±95) mg/kg, y SRM 8415 Whole Egg Powder con un valor reportado para magnesio de (305±27) mg/kg en masa, en los tres casos se obtuvieron sesgos de -0,0014 mg/L en promedio

Discusión: Se analizaron 46 alimentos seleccionados de la canasta básica alimentaria del costarricense, frescos o cocinados a la manera habitual de consumo, sin adicionarles aditivos. Los alimentos con contenido de magnesio cuantificable fueron: leguminosas (garbanzos, lentejas, frijol negro y rojo), granos y cereales (arroz blanco y precosido), productos lácteos (leche entera en polvo, queso mozzarella, queso fresco), verduras y hortalizas (camote, ajos, plátano maduro), granos (frijoles, lentejas, garbanzos), carnes (tilapia, pechuga de pollo, lomo e hígado de re), frutas (banano criollo y de exportación), productos industrializados (pan a base de harina de trigo y tortillas de maíz).

Palabras clave: minerales en la dieta, alimentos, magnesio. (fuente: DeCS, BIREME).

ABSTRACT:

Objective: Analytical methodology was validated for the determination of magnesium in foods by atomic absorption flame spectroscopy.

Material and Methods: Foods that are eaten cooked were baked in the usual manner of consumption in Costa Rica, and samples were taken for moisture determination. The digestion of the samples was made in a microwave oven and magnesium content measured by atomic absorption flame spectroscopy. Validation of the methodology was carried out using magnesium standard solutions traceable to NIST® and certified traceable, reference materials.

Results: The linearity range was (0,021 to 0,65) mg/L with a correlation coefficient of 0,992. The detection and quantification limits obtained were 0,021 mg/L and 0,037 mg/L, respectively. The sensitivity calibration was 0,688 ALmg-1 and the sensitivity was 215 Lmg-1. The accuracy was evaluated in terms of reproducibility, the RDSr value was 1.1 %. The accuracy was determined using three standards certified by NIST®, SRM 1846 Infant Formula with a reported value for magnesium (538 ± 29) mg / kg, SRM 1846 Bovine Muscle Powder with a reported value for magnesium (960 ± 95) mg / kg, and SRM 8415 Whole Egg Powder with a reported value for magnesium (305 ± 27) mg / kg in mass; in the three cases, the bias obtained, on average, was -0.0014 mg/L.

Discussion: 46 foods selected from the Costa Rican food basket were analyzed, fresh or cooked in the usual way of consumption, without adding additives. Foods containing magnesium were: legumes (chickpeas, lentils, black and red beans), grains and cereals (white and pre-cooked rice), dairy products (whole milk powder, mozzarella cheese, fresh cheese), vegetables (sweet potato, garlic, sweet plantain), grains (beans, lentils, chickpeas), beef (tilapia, chicken breast, loin and beef liver), fruits (bananas both creole and exportation-quality), industrial products (bread made from wheat flour as well as corn tortillas).

Key Words: dietary minerals, food, magnesium. (source: MeSH, NLM).



Todos los alimentos sin procesar contienen magnesio en diferentes concentraciones, los alimentos con mayor contenido de este mineral son las semillas enteras, como nueces, legumbres y granos no molidos. Otra fuente de magnesio (Mg) son los vegetales verdes en forma del complejo porfirin magnesio de la clorofila. El pescado, la carne y la leche son alimentos con contenido bajo de magnesio y las frutas prácticamente no lo tienen con excepción del banano. La ingesta promedio en hombres es de 300 mg y en mujeres es de 200 mg (1).

En Costa Rica, la recomendación diaria admisible, requerimiento diario recomendado, (RDA), de magnesio es de 350 mg/L. Se han realizado investigaciones para determinar la contribución por parte del agua, con un supuesto consumo diario de 2 L, en todo el país, y se ha determinado que de los 81 cantones el 72,8 % contribuyen con menos del 5 % al RDA de magnesio, 21 % contribuyen entre 5 % a menos de 10 %, y solamente un 6 % aportan más de 10 %. Los datos de las aguas envasadas nacionales contribuyen en forma escasa a la RDA de magnesio diario, con menos de 5 % (2).

El magnesio en el organismo interviene en procesos enzimáticos, en la glucólisis, en el ciclo de Krebs y en la síntesis de proteínas, además, afecta la fisiología cardíaca a través del acoplamiento de neurotransmisores y enzimas a los receptores, con la activación de proteínas y la modulación de diversos canales iónicos. También está relacionado con la disminución de la presión sanguínea a través de la dilatación de las arterias, prevención de arritmias cardíacas anormales y la inhibición de coágulos en la sangre (3,4).

El método oficial del Official Methods of Analysis International (AOAC) 985,35 para cuantificar el contenido de magnesio en alimentos, utiliza la técnica de espectrometría de absorción atómica con llama (5).

En esta investigación se utilizó la metodología de cuantificación de Mg por espectrometría de absorción atómica con llama y se evaluó el contenido de este mineral en alimentos seleccionados de la canasta básica de consumo para Costa Rica. Las políticas de seguridad alimentaria y salud de Costa Rica requieren determinar la ingesta real de Mg por parte de la población costarricense además estos datos son importantes en las políticas de enriquecimiento de alimentos.

MATERIALES Y MÉTODOS

Las mediciones se realizaron en un espectrofotómetro de absorción atómica marca Varian SpectrAA, modelo 220 Fast Sequential provisto de una lámpara de magnesio y llama aire acetileno. Se trabajó a una longitud de onda igual a 285,2 nm y una corriente de 10 mA.

La selección de la muestra se realizó de acuerdo con la Encuesta Nacional de Nutrición. El muestreo de los productos industrializados tal es el caso del arroz, leches, quesos, pastas, tortillas, pan entre otros, se realizó aplicando el método aleatorio simple. Para los alimentos de origen agrícola que se venden en unidades sueltas o en empacados, como por ejemplo, papas, cebollas, brócoli, chile dulce, frutas, entre otros, el número de unidades seleccionadas dependió del tamaño de las unidades individuales del alimento para que en total la muestra primaria tuviera una masa de 0,1 - 0,5 kg. En cada muestreo se tomaron tres muestras primarias, y a partir de estas, se obtuvo una muestra compuesta de 0,1-0,2 kg con la parte comestible del alimento. En el caso de las carnes (pechuga de pollo deshuesada, bistec de lomo, filete de pescado, hígado de pollo y de res) se compraron tres porciones individuales entre 0,1-0,5 kg para obtener la muestra compuesta. La preparación de los alimentos se realizó según el consumo más habitual (frescos o cocidos), basándose en los métodos de preparación de muestra indicados por Greenfield y Southgate. Las muestras se recolectaron cada cuatro meses por un periodo de un año (6,7).

Las muestras de alimentos se cocieron a la manera habitual de consumo, pero sin adicionarles ningún aditivo como aceite o sal. Para los alimentos que se consumen hervidos se utilizó agua desionizada y se cocinaron en horno de microondas hasta suavidad en recipientes plásticos, los alimentos que se consumen fritos se cocinaron a la plancha en sartén de teflón. Posteriormente, se homogenizaron, y se liofilizaron para tomar las muestras para la digestión y posterior determinación del magnesio.

La digestión de las muestras se realizó en un horno de microondas Millestone, modelo Microwave MWS⁻² (8). Los patrones de magnesio 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 (1 000±1) mg/L al 5 % en HNO₃. Los patrones para la curva de calibración se prepararon en el ámbito de (0,02-0,65) mg/L. Los parámetros analíticos evaluados fueron la linealidad, la precisión

(repetibilidad), la sensibilidad y la veracidad.

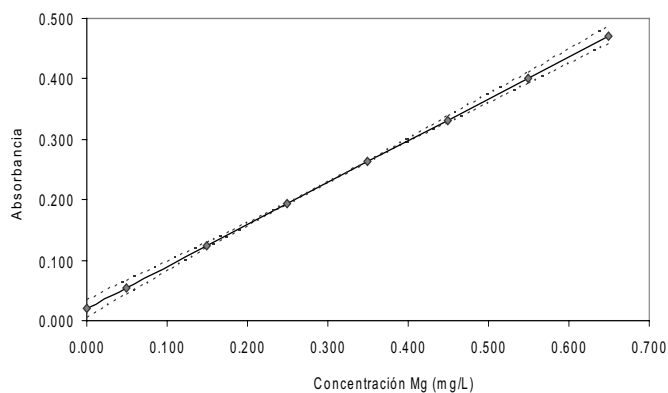
Las etapas de digestión y medición de las muestras de alimentos seleccionados se realizaron bajo estricto control de calidad, cada cuatro muestras se analizó un ensayo en blanco, cada 10 muestras se comprobó la veracidad realizando una medición de una muestra de material de referencia certificado y cada corrida de lectura se verificó la respuesta del espectrómetro de absorción atómica con una disolución patrón de magnesio de concentración intermedia trazable a la NIST®.

RESULTADOS

La evaluación de las condiciones analíticas óptimas para la cuantificación de Mg en las diferentes matrices de alimentos, se realizó utilizando materiales de referencia certificados de la NIST®, SRM 1 846 Infant Formula, SRM 1 846 Bovine Muscle Powder y SRM 8 415 Whole Egg Powder.

El intervalo de linealidad óptimo, se obtuvo para el ámbito de 0,02-0,65 mg/L con un coeficiente de correlación igual a 0,992. La sensibilidad de calibración fue de 0,688 ALmg⁻¹ y la sensibilidad analítica fue de 215 Lmg⁻¹. En la figura 1 se presenta la curva de calibración y los límites de confianza obtenida por mínimos cuadrados.

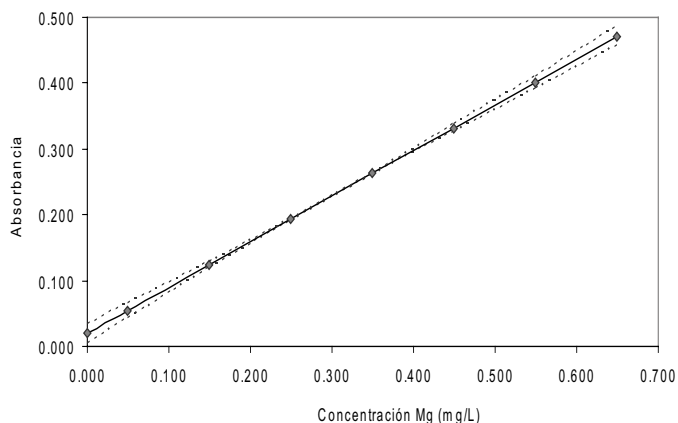
Figura 1: Curva de calibración para magnesio mediante el método de mínimos cuadrados ponderados y límites de confianza al 95 %.



La precisión se evaluó en condiciones de repetitividad y se obtuvo un valor promedio para la desviación estándar relativa en condiciones de repetitividad (RDSr) igual a 1,1 %.

Los límites de detección y cuantificación se determinaron por el método gráfico, en la figura 2 se incluyen los resultados obtenidos iguales a 0,021 mg/L y 0,037 mg/L, respectivamente.

Figura 2. Límite de detección y límite de cuantificación para el magnesio.



La precisión se evaluó en condiciones de repetitividad, se determinó para los materiales de referencia SRM 1 846 Infant Formula, SRM 1 846 Bovine Muscle Powder y SRM 8 415 Whole Egg Powder, se obtuvieron los siguientes valores de desviación estándar relativa, (DSR) 1,7 %; 0,7 % y 1 %, respectivamente. La veracidad se evaluó para los mismos materiales de referencia, SRM 1 846 Infant Formula con un valor reportado para Mg de 538±29 mg/kg, SRM 1 846 Bovine Muscle Powder con un valor reportado para Mg de 960±95 mg/kg, y SRM 8 415 Whole Egg Powder con un valor reportado para Mg de 305±27 mg/kg, en los tres casos se obtuvieron sesgos de -0,0014 mg/L, en promedio con un nivel de confianza del 95 %.

Una vez determinados los parámetros de validación para la metodología de cuantificación por absorción atómica se procedió al análisis de las muestras ya digeridas para determinar el contenido de magnesio. Los porcentajes de humedad se determinaron por duplicado para cada alimento fresco si el mismo se consume sin cocinar, o, cocinado si esta es la manera de consumirlo. En los cuadros del 1 al 6, se muestran los resultados de humedad y el contenido de magnesio, expresado por porción de 100 g de alimento fresco para cada grupo de alimentos.

El diseño de la muestra en el caso de alimentos primarios, como carnes, frutas y hortalizas la inferencia estadística, está limitado al origen de los alimentos distribuidos en los puntos de venta seleccionados, al punto de muestreo, a la variedad y grado de maduración en el caso de los frutas, verduras y hortalizas, entre otras variables.

Cuadro 1: Contenido de humedad y de magnesio en lácteos y derivados de la canasta básica del costarricense.

ALIMENTO	HUMEDAD	Mg/100g de alimento fresco
<i>Lácteos y derivados</i>	%	mg
Leche entera en polvo reconstituida, instantánea, 100% vaca enriquecida con vitamina A, D, Acido fólico y Fe	NA	14 ± 1
Leche entera en polvo, instantánea, 100% vaca enriquecida con vitamina A, D, Acido fólico y Fe	NA	43 ± 3
Leche Fluida Descremada, 100 % vaca, enriquecida Vitamina A, C, D, Acido fólico y Fe	NA	11,3 ± 0,8
Queso crema, tipo americano, pasteurizado	66,7	8 ± 1
Queso fresco pasteurizado, nacional	62,4	27 ± 2
Queso mozzarella, pasteurizado nacional	55,0	19 ± 2
Yogurt pasteurizado, azucarado, aromatizado, con albaricoque	NA	12,3 ± 0,8
Yogurt fluido pasteurizado, azucarado, aromatizado, sabor a fresa	NA	12,5 ± 0,8
Yogurt semidescremado, pasteurizado, con cultivos probióticos, azucarado, aromatizado, sabor a fresa	NA	14,4 ± 0,9
<i>Cereales y derivados</i>	%	mg
Arroz precocido, grano entero, cocido con agua desionizada en horno de microondas, enriquecido con niacina, vitamina B1, Vitamina B12, ácido fólico, zinc y selenio	51,30	30 ± 5
Arroz pulido, grano entero, cocido con agua desionizada en horno de microondas, enriquecido con niacina, vitamina B1, Vitamina B12, ácido fólico, zinc y selenio	51,95	20 ± 4
Avena en hojuelas, cocido con agua desionizada en microondas, nacional	68,0	38 ± 3
Pan, trigo, cuadrado, blanco, nacional.	38,0	21 ± 2
Pasta, caracolitos, pasta al huevo, cocida en agua desionizada sin aditivos en horno de microondas	66,5	21 ± 7
Pasta, tornillos, pasta al huevo, cocida en agua desionizada sin aditivos en horno de microondas	58,0	26 ± 8
Tortillas, maíz, blanco tratado con cal, cocida industrial, nacional	49,0	47 ± 11
<i>Leguminosas</i>	%	mg
Fríjol negro, semilla entera, cocido en agua desionizada en microondas, nacional	80,35	23 ± 8
Fríjol rojo, semilla entera, cocido en agua desionizada en microondas, nacional	71,6	54 ± 13
Garbanzos cocidos, semilla entera, cocido en agua desionizada en microondas, nacional	68,8	47 ± 14
Lentejas, semilla entera, cocido en agua desionizada en microondas, nacional.	73,23	36 ± 11
<i>Carnes y derivados</i>	%	mg
Bistek lomo, cocido con agua desionizada en microondas, nacional	62,4	26 ± 4
Hígado de pollo cocido en agua desionizada en microondas, sin aditivos	68,0	24 ± 3
Hígado de res, cocido con agua desionizada en microondas, nacional	69,2	18 ± 6
Pescado, filet tilapia, limpio, fresco, sin escamas, cocido con agua desionizada en microondas, nacional	63,5	38 ± 10

ALIMENTO	HUMEDAD	Mg/100g de alimento fresco
Pollo, pechuga, sin piel, cocido con agua desionizada en microondas, nacional Pipasa	69,8	24 ± 5
Verduras y hortalizas	%	mg
Ajo, bulbo, crudo, pelado	73,3	26 ± 5
Brócoli, tallo y flor, cocido con agua desionizada en microondas, feria del agricultor	91,6	16 ± 6
Camote, amarillo, tubérculo, sin cáscara, cocido con agua desionizada en microondas, nacional, feria del agricultor	58,3	27 ± 8
Cebolla, blanca, cruda, pelada	93,2	9 ± 4
chile dulce, fruto, sin semillas, crudo, nacional	93,6	7 ± 4
Papa, amarilla, tubérculo, sin cáscara, cocido con agua desionizada en microondas, nacional, feria del agricultor	81,3	17 ± 6
Plátano maduro, fruto, cocido con agua desionizada en microondas, nacional, feria del agricultor	75,8	24 ± 5
Zanahoria, raíz, sin cáscara, cocido con agua desionizada en microondas, nacional, feria del agricultor	90,5	10 ± 1
Frutas	%	mg
Aguacate, Hass, de primera, fruto, maduro, cáscara negra verdosa	75,9	28 ± 6
Banano criollo, maduro, cáscara amarilla con manchas, fruto amarillo intenso	73,9	31 ± 4
Banano, de exportación, fruto, amarillo pálido, Banasun, Premiun quality banana	74,2	29 ± 4
Fresas, maduras, rojas, fruto sin hojas, de Llano Grande de Cartago	93,1	10,0 ± 0,7
Manzana Gala, cáscara rojiamarilla fruto, con cáscara, sin semilla	85,7	5,4 ± 0,5
Manzana Golden, amarilla, fruto con cáscara, sin semilla	85,7	5,1 ± 0,3
Melón, Petatillo, de primera, maduro, pulpa (parte amarilla), sin semillas, Sardinal Guanacaste.	94,8	4,4 ± 0,4
Papaya nacional, madura, cáscara amarilla pulpa, sin semillas,	87,6	8,8 ± 0,7
Papaya suprema, cáscara amarilla, pulpa, sin semillas,	87,7	8,9 ± 0,8
Piña Hawaiana, cáscara amarillo verdosa, madura, pulpa sin corazón,	87,9	8,6 ± 0,6
Piña Oro, cáscara amarilla, madura, pulpa sin corazón	83,5	9,1 ± 0,7
Sandía Miquiliqui, de primera, pulpa (parte roja), sin semillas,	92,1	10,2 ± 0,7
Tomate, nacional, maduro, entero, con semilla, sin pelar, cáscara roja. San Isidro de Tejar.	94,3	10,8 ± 0,7

El contenido de magnesio en los alimentos analizados se mantuvo en cantidades intermedias y bajas, y distribuido e forma similar en todos los grupos estudiados. En el grupo de las verduras, el contenido de magnesio varió entre 7-26 mg/100 g. Los alimentos que presenta mayor contenido de este mineral son el plátano 24 mg/100 g, el camote 27 mg/100 g y el ajo 26 mg/100 g.

En las frutas el contenido de magnesio es bajo entre 4-10 mg/100 g con excepción del aguacate (28 mg/100g) y el banano 30 mg/100 g. El contenido más

alto de magnesio para los lácteos se presenta en la leche entera en polvo (43 mg/100 g), equivalente en su forma reconstituida a 14 mg/100 g, el queso fresco 27 mg/100g y el mozzarella 19 mg/100 g. En la leche fluida y el yogurt el contenido de magnesio es comparable con un promedio entre ellos de 13 mg/100 g. En las carnes el contenido de Mg es muy similar entre 18- 28 mg/100 g. El pescado presentó un contenido un poco más elevado con 38 mg/100 g. En el grupo de los cereales y derivados el mayor contenido de Mg se presenta en la tortilla de maíz

(47 mg/100 g). El resto se mantuvo con muy poca variación entre los 20-30 mg/100 g. El contenido de magnesio en los cereales y derivados es comparable entre ellos con una variación entre 20-27 mg/100 g. Las leguminosas son las que presentan en general los valores más altos en magnesio, los garbanzos 47 mg/100 g, el frijol rojo 44 mg/100 g y lentejas 38 mg/100 g.

DISCUSIÓN

La toma de la muestra en el análisis de alimentos es decisiva para determinar el margen de error derivado de la inferencia estadística a la población. El plan de muestreo adoptado depende de las características del alimento. El diseño de la muestra de laboratorio de alimentos industrializados líquidos, es el caso de menor complicación, debido a que se producen a través de procesos con un alto control de calidad, lo que permite obtener productos muy homogéneos en cuanto a su composición por lote de producción, y entre diferentes lotes de producción, como se comprobó en esta investigación.

Realmente existe muy poca investigación sobre la biodisponibilidad del magnesio, sin embargo se sabe que se favorece con una dieta rica en proteínas y aminoácidos y, es desfavorecida por los fosfatos, fitatos y la fibra dietética.

En Costa Rica se determinó la contribución a la RDA de magnesio por ingesta de agua suponiendo un consumo diario promedio de dos litros encontrándose que en un 72,8 % de los cantones el aporte es escaso, menos de un 5 %, en el 21 % de los cantones la contribución es normal, entre (5-10) % , y, solo en el 10 % el aporte es bueno. Las aguas envasadas contribuyen en menos de 5 % a la RDA. Algunos de los alimentos reportados en otros países que más contribuyen a la RDA de magnesio son el tofu, los frijoles, el germen de trigo, las nueces de la india, hipogloso al horno, acelga cocida, maní tostado, chocolate semidulce, papas con cáscara al horno, cacao en polvo, melaza, cereal salvado con pasas, espinacas frescas, leche de vaca, pan de trigo entero, pechuga de pollo, guisantes, carne molida magra, pan blanco, frutas, huevos y leche humana (2).

La principal limitación en este estudio fue la imposibilidad de obtener muestras en las ferias del agricultor, las cuales se llevan a cabo en todo el país y a las que asiste una gran cantidad de la población. En esta investigación, las muestras se adquirieron en cadenas de supermercados de cobertura nacional ubicados en San Pedro de Montes de Oca, también las

muestras de frutas, verduras y hortalizas se compraron siempre de la misma variedad. Las muestras en realidad se seleccionaron convenientemente, según la disponibilidad de recursos económicos en la investigación, que hicieron imposible obtener una muestra compuesta a partir de muestras simples procedentes de todas las regiones de producción significativa del país.

AGRADECIMIENTOS

Las autoras agradecen el apoyo económico brindado por la Vicerrectoría de Investigación, a la Escuela de Química de la Universidad de Costa Rica por el uso del laboratorio 219 Q, para el tratamiento de las muestras y el uso del espectrómetro de absorción atómica Varian Fast Sequential utilizado para realizar las mediciones en esta investigación, a la Facultad de Farmacia por facilitar el uso del liofilizador utilizado en el secado de las muestras y al Centro de Investigación en Tecnología de Alimentos por facilitar el uso del liofilizador y la determinación de humedad de algunas muestras.

REFERENCIAS

1. Moreno R. Nutrición y dietética para tecnólogos de alimentos. España: Díaz de Santos, S.A. (2000)
2. Mora D, Alfaro N, Portuguez C.F, et al. Aporte del agua de bebida a los requerimientos de magnesio de la población costarricense. Rev. Costarric. Salud Pública 2000; 9 (17):45-60.
3. Bowman BA, Russell RM. Conocimientos actuales sobre nutrición. Washington, D.C: Organización Panamericana de la Salud. (Serie publicación científica y técnica N° 592), 2003; 260-293.
4. Wardlaw G.M. Perspectives in Nutrition. 4 ed. New York, USA: Mc Graw Hill International, 1993; 472-492.
5. Official Methods of Analysis of AOAC International, Official Method 985.35, 18th Edition, Revision # 1, 2005.
6. Ministerio de Salud. (1996) Encuesta Nacional de Nutrición, fascículo 3: consumo aparente. Costa Rica.
7. Greenfield H, Southgate D.A.T. Datos de Composición de Alimentos. 2 ed. Roma: FAO, 2003.
8. Microwave Digestion System with Built in non Contact Temperature Measurement. V5.1, User Manual. Berghof. Products and Instruments GmbH, Germany 2004.