



# ANÁLISIS DE METALES TRAZA Y NUTRICIONALES EN BEBIDAS

ANÁLISIS DIRECTO  
SIN DIGESTIÓN  
PREVIA

---

VISIÓN DUAL CON  
AMPLIO RANGO  
DINÁMICO

---

3 MINUTOS POR  
MUESTRA

---

ESPECTRO  
COMPLETO DE  
LONGITUDES DE  
ONDA

---

BAJO  
CONSUMO  
OPERATIVO

Nuestro departamento de aplicaciones está a su servicio. Consúltenos para demostraciones, cursos de formación y webinars



## INTRODUCCIÓN

La presencia de elementos tóxicos en los alimentos y bebidas representa un riesgo de salud mundial que ha suscitado preocupación pública y requirió seguimiento científico. En particular, los elementos Cd, Pb y As son perjudiciales al ser humano salud y han sido encontrados en las bebidas presentes en el mercado. La protección al consumidor, requiere métodos de análisis rápidos y precisos. Esto permite determinar la fuente y el origen del contaminante. El ICP-OES Espectroscopía Óptica de emisión mediante plasma acoplado inductivamente proporciona un método eficiente y económico para la determinación de la presencia de elementos tóxicos, en la muestra directa sin necesidad de digestión previa.



El objetivo de esta nota de aplicación es demostrar la capacidad del Espectrómetro ICP-OES modelo Prodigy7 fabricado por Teledyne Leeman lab's para la determinación rápida y con precisión de los elementos metálicos presentes en toda una gama de bebidas. Los resultados obtenidos se compararon con los límites máximos permisibles en agua potable por la Agencia de protección ambiental de Estados Unidos (USEPA) y la Organización Mundial de la salud (OMS). ①,②.

Los contaminantes del agua potable y los límites máximos permisibles se presentan en [Tabla 1](#).

| Tabla de contaminantes del agua potable y máximo permisible Limites |      |     |      |       |       |
|---|------|-----|------|-------|-------|
| Metales pesados (mg/L)  |      |     |      |       |       |
|   | Ni   | Cu  | As   | Cd    | Pb    |
| USEPA (2014)  | 0.1  | 1.3 | 0.01 | 0.005 | 0.015 |
| OMS (2011)  | 0.07 | 2.0 | 0.01 | 0.003 | 0.01  |

Tabla 1

## INSTRUMENTO

Se utilizó un espectrómetro de plasma acoplado inductivamente Modelo Prodigy7 (ICP-OES) equipado con una antorcha de visión dual para obtener los datos presentes en esta aplicación.

El Espectrómetro Prodigy7 es un instrumento compacto de sobremesa, simultáneo de emisión óptica con una distancia focal de 500 mm. El esquema óptico Echelle junto con un detector CMOS de formato grande (L-CMOS) 28 mm<sup>2</sup>, de área activa del detector. El detector CMOS es significativamente mayor que cualquier otro detector de estado sólido utilizado actualmente para ICP-OES. Esta combinación permite el Prodigy7 lograr la mayor resolución óptica que otros sistemas basados en detector estado sólido en ICP-OES. El detector proporciona cobertura continua de longitud de onda de 165 a 1100 nm permitiendo la medición del espectro entero de ICP en una sola lectura sin sacrificar la longitud de onda o resolución. El diseño de este detector es inherentemente anti-blooming y es capaz de acceso aleatorio, de lectura no destructiva que se traduce en un rango dinámico de más de seis órdenes de magnitud.

El Prodigy7 también utiliza un generador de radiofrecuencia de 40,68 MHz resistente, refrigerado por agua, lo que le permite trabajar a máxima ionización con las matrices de muestra más difíciles incluyendo la determinación de disolventes orgánicos.



## INTRODUCCIÓN DE MUESTRA

La configuración de introducción de muestra utilizada para esta nota de aplicación se muestra en la [Tabla 2](#).

### Instalación de introducción de muestra

|                                  |   |
|----------------------------------|---|
| Nebulizador                      | Vidrio Conikal (PN 120-00463-1)                       |
| Cámara de nebulización           | Ciclónica de vidrio sin tubo central (PN 120-00461-2) |
| Antorcha del inyector diámetro   | 2,5 mm (PN 318-00161-AQ1)                             |
| Tubo de captación de muestra     | 0,76 mm (PN 309-00069-7)                              |
| Tubería de drenaje de la muestra | 1,14 mm (PN 309-00069-4)                              |

Tabla 2



Figura 1

Escandio (Sc) se utilizó como estándar interno y se agregó a los estándares y las muestras mediante el Kit de mezcla de Tritón Glass Expansion (PN 115-00431).

El volumen de la cámara de nebulización ciclónica es bajo y permite el lavado rápido entre muestras. La Antorcha de Prodigy7 se monta utilizando un sistema innovador cassette de giro y fijado se muestra en la [Figura 1](#). El diseño permite a los operadores para retirar y colocar la antorcha en la posición exacta con, reproducibilidad día a día e interoperador.

## PARÁMETROS OPERATIVOS

En todos los elementos analizados se utilizó corrección de fondo simultánea con la medición del pico analítico. Esto supone una mejora de los límites de detección. Los resultados analíticos se obtuvieron con los parámetros analíticos que se muestran en la [Tabla 3](#).

| Parámetros de funcionamiento del instrumento |             |
|--|-------------|
| Parámetro                                    | Ajuste      |
| Potencia de RF                               | 1,20 kW     |
| Flujo de refrigerante                        | 15 L/min    |
| Flujo auxiliar                               | 1.0 L/min   |
| Presión de nebulizador                       | 1.0 L/min   |
| Tasa de absorción                            | 25 rpm      |
| Tiempo de integración                        |             |
| Axial  | 30 segundos |
| Radial                                       | 15 segundos |

Tabla 3

En todos los elementos analizados se utilizó corrección de fondo simultánea con la medición del pico analítico. Esto supone una mejora de los límites de detección. Los resultados analíticos se obtuvieron con los parámetros analíticos que se muestran en la [Tabla 4](#).

## PATRONES DE CALIBRACIÓN

Estándares de calibración se prepararon desde disoluciones comerciales (VHG Labs®). Las concentraciones finales se enumeran en la [Tabla 4](#).

| Estándares de calibración ppm |                      |        |                  |                  |                  |
|-------------------------------|----------------------|--------|------------------|------------------|------------------|
| Elemento                      | Longitud de onda, nm | Blanco | STD <sub>1</sub> | STD <sub>2</sub> | STD <sub>3</sub> |
| Na                            | 589.592 r            | 0      | 2.5              | 5.0              | 10.0             |
| Mg                            | 279.553 r            | 0      | 2.5              | 5.0              | 10.0             |
| K                             | 766.491 r            | 0      | 2.5              | 5.0              | 10.0             |
| Ca                            | 317.933 r            | 0      | 2.5              | 5.0              | 10.0             |
| As                            | 189.042              | 0      | 0.5              | 1.0              | 2.0              |
| Cd                            | 214.441              | 0      | 0.5              | 1.0              | 2.0              |
| Cu                            | 324.754              | 0      | 0.5              | 1.0              | 2.0              |
| Pb                            | 220.353              | 0      | 0.5              | 1.0              | 2.0              |
| Zn                            | 206.200              | 0      | 0.5              | 1.0              | 2.0              |
| Ni                            | 231.604              | 0      | 0.5              | 1.0              | 2.0              |
| Co                            | 228.615              | 0      | 0.5              | 1.0              | 2.0              |
| Mn                            | 257.610              | 0      | 0.5              | 1.0              | 2.0              |

Tabla 4

Curvas de calibración ejemplo se muestran en la [Figura 2](#) y [Figura 3](#).

Las curvas se basan en las calibraciones de Mg 279.553 nm en modo radial y Cd 214.441 en modo de vista axial.

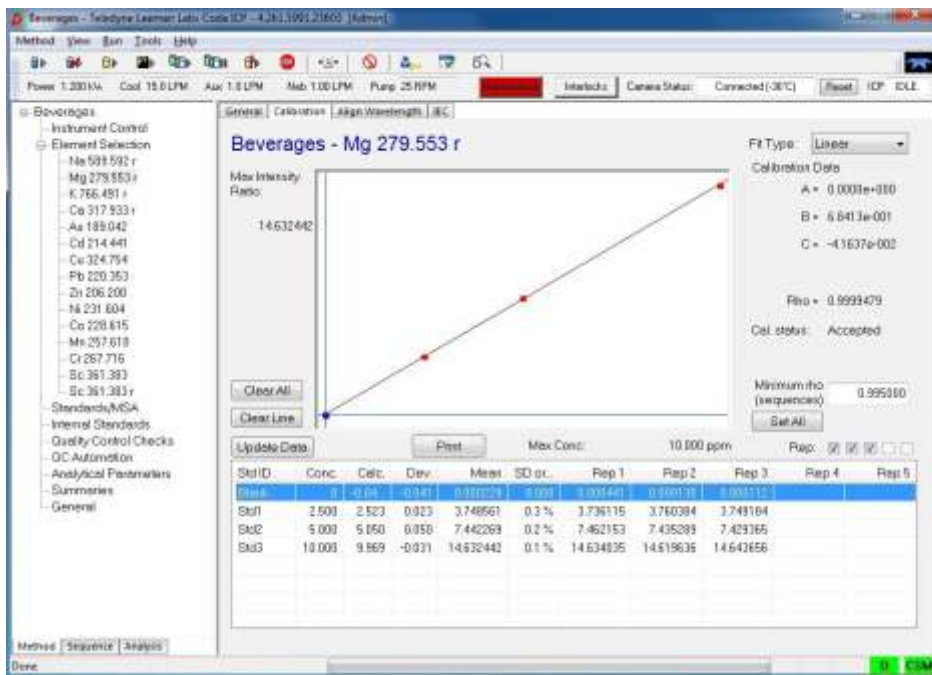


Figura 2 Curva de calibración de Mg en 279.553 nm

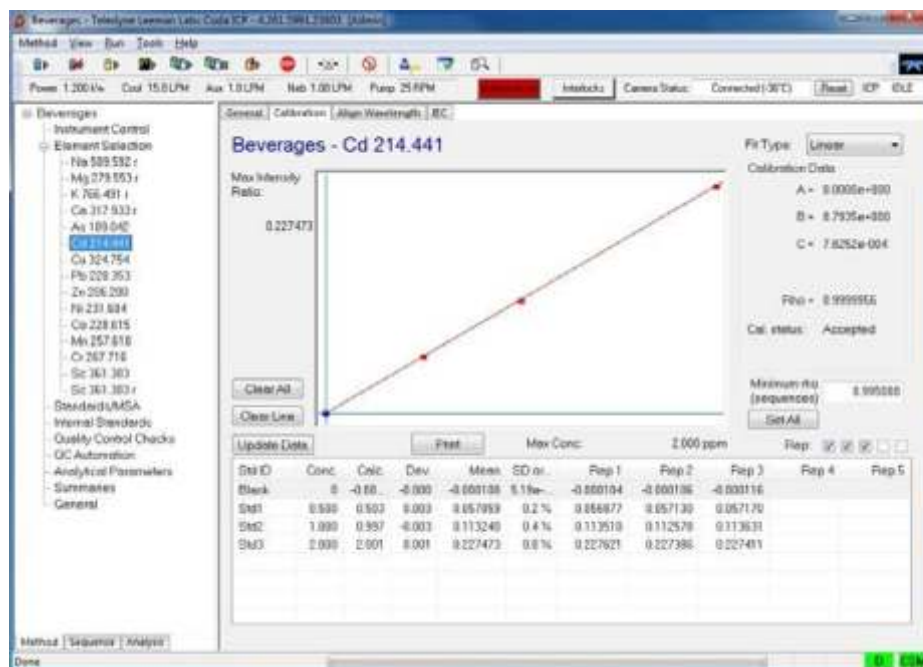


Figura 3 Curva de calibración de Cd en 214.441 nm

## PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Se analizaron tres diferentes bebidas: 100% zumo de manzana, bebida energética concentrada y vino tinto de California. Las muestras fueron preparadas pesando 20 g de cada muestra en matraces aforados de 100 mL para el análisis del contenido de metales pesados.

Mientras se tomaron 1.0 o 2.0 g de cada muestra en matraces aforados de 100 mL para el análisis de minerales. Los matraces se enrasaron con agua desionizada. Se prepararon muestras por duplicado. La primera preparación fue analizada sin mayor modificación. La segunda preparación se enriqueció para fines de cálculo de recuperación de los diferentes elementos.

## LÍMITES DE DETECCIÓN

Un estudio fue realizado para determinar los límites de detección de instrumento (IDL) en el modo visión dual para los elementos de interés. Los Límites de detección mostrados en la **Tabla 5** muestran concentraciones correspondientes a tres veces la desviación estándar de 10 mediciones consecutivas del blanco de calibración.

| Límites de detección (DL) |                      |         |
|---------------------------|----------------------|---------|
| Elemento                  | Longitud de onda, nm | DL(ppm) |
| Na                        | 589.592 r            | 0.007   |
| Mg                        | 279.553 r            | 0.007   |
| K                         | 766.491 r            | 0.012   |
| Ca                        | 317.933 r            | 0.002   |
| As                        | 189.042              | 0.005   |
| Cd                        | 214.441              | 0.0001  |
| Cu                        | 324.754              | 0.0002  |
| Pb                        | 220.353              | 0.001   |
| Zn                        | 206.200              | 0.0001  |
| Ni                        | 231.604              | 0.0004  |
| Co                        | 228.615              | 0.0003  |
| Mn                        | 257.610              | 0.0001  |

Tabla 5

## RESULTADOS

Después de encender el plasma y tras un periodo de calentamiento de 15 minutos, se procede a la calibración del Prodigy7. Una vez completa la calibración, se analizó una norma de control de calidad con criterios de aceptación de  $\pm 10\%$ . Los Resultados se muestran en **Tabla 6**. Al completar con éxito el análisis de control de calidad (QC), se analizaron las muestras.

| Resultados del control de calidad |                      |                            |                    |                |       |
|-----------------------------------|----------------------|----------------------------|--------------------|----------------|-------|
| Elemento                          | Longitud de onda, nm | Concentración patrón (ppm) | Medidas Conc (ppm) | % Recuperación | % RSD |
| Na                                | 589.592 r            | 5.0                        | 5.0                | 100.6          | 0.5   |
| Mg                                | 279.553 r            | 5.0                        | 5.1                | 101.9          | 0.5   |
| K                                 | 766.491 r            | 5.0                        | 5.2                | 104.9          | 1.1   |
| Ca                                | 317.933 r            | 5.0                        | 5.0                | 100.5          | 0.5   |
| As                                | 189.042              | 1.0                        | 1.0                | 100.5          | 0.4   |
| Cd                                | 214.441              | 1.0                        | 1.0                | 100.7          | 0.2   |
| Cu                                | 324.754              | 1.0                        | 1.0                | 101.3          | 0.2   |
| Pb                                | 220.353              | 1.0                        | 1.0                | 101.5          | 0.4   |
| Zn                                | 206.200              | 1.0                        | 1.0                | 100.6          | 0.2   |
| Ni                                | 231.604              | 1.0                        | 1.0                | 101.2          | 0.2   |
| Co                                | 228.615              | 1.0                        | 1.0                | 101.5          | 0.1   |
| Mn                                | 257.610              | 1.0                        | 1.0                | 101.6          | 0.2   |

Tabla 6

Resultados de los análisis de la muestra se muestran en [Tabla 7](#), [Tabla 8](#) y [Tabla 9](#). Los resultados para cada muestra de bebida se establecen en partes por millón (ppm) con los factores de dilución aplicados. También se presentan los resultados de las recuperaciones de 1.0 ppm (metales pesados) y los picos de 5,0 ppm (minerales), junto con los valores RSD % para las concentraciones del punto medido. Resultados se muestran como no detectado (ND) si la concentración medida era igual o inferior al límite de detección (IDL).

| Resultados 100% de jugo de manzana |                      |                    |                        |                            |       |
|------------------------------------|----------------------|--------------------|------------------------|----------------------------|-------|
| Elemento                           | Longitud de onda, nm | Factor de dilución | Conc de promedio (ppm) | % Recuperación fortalecido | % RSD |
| Na                                 | 589.592 r            | 100                | 14.8                   | 119.9                      | 0.07  |
| Mg                                 | 279.553 r            | 100                | 49.7                   | 114.6                      | 0.2   |
| K                                  | 766.491 r            | 100                | 1265                   | 96.9                       | 0.2   |
| Ca                                 | 317.933 r            | 100                | 402                    | 113.3                      | 0.2   |
| As                                 | 189.042              | 5                  | ND                     | 108.9                      | 1.3   |
| Cd                                 | 214.441              | 5                  | ND                     | 98.6                       | 0.5   |
| Cu                                 | 324.754              | 5                  | 0.05                   | 98.2                       | 0.2   |
| Pb                                 | 220.353              | 5                  | ND                     | 96.8                       | 0.5   |
| Zn                                 | 206.200              | 5                  | 0.08                   | 100.6                      | 0.5   |
| Ni                                 | 231.604              | 5                  | ND                     | 98.1                       | 0.3   |
| Co                                 | 228.615              | 5                  | 0.002                  | 98.2                       | 0.5   |
| Mn                                 | 257.610              | 5                  | 0.3                    | 98.8                       | 0.2   |

Tabla 7

| Resultados California tinto |                      |                    |                |                            |       |
|-----------------------------|----------------------|--------------------|----------------|----------------------------|-------|
| Elemento                    | Longitud de onda, nm | Factor de dilución | AVG Conc (ppm) | % Recuperación fortalecido | % RSD |
| Na                          | 589.592 r            | 50                 | 19.8           | 96.7                       | 0.2   |
| Mg                          | 279.553 r            | 50                 | 122.8          | 92.0                       | 0.3   |
| K                           | 766.491 r            | 200                | 1140           | 94.9                       | 0.9   |
| Ca                          | 317.933 r            | 50                 | 72.8           | 90.9                       | 0.4   |
| As                          | 189.042              | 5                  | 0.02           | 100.7                      | 1.4   |
| Cd                          | 214.441              | 5                  | 0.001          | 110.4                      | 0.3   |
| Cu                          | 324.754              | 5                  | 0.03           | 94.7                       | 0.2   |
| Pb                          | 220.353              | 5                  | 0.003          | 104.5                      | 0.3   |
| Zn                          | 206.200              | 5                  | 1.2            | 117.6                      | 0.3   |
| Ni                          | 231.604              | 5                  | 0.02           | 106.3                      | 0.2   |
| Co                          | 228.615              | 5                  | 0.009          | 105.0                      | 0.2   |
| Mn                          | 257.610              | 5                  | 2.2            | 103.6                      | 0.3   |

Tabla 8



| Resultados concentrado bebida energética |                      |                    |                |                            |       |
|--|----------------------|--------------------|----------------|----------------------------|-------|
| Elemento                                 | Longitud de onda, nm | Factor de dilución | AVG Conc (ppm) | % Recuperación fortalecido | % RSD |
| Na                                       | 589.592 r            | 50                 | 255.4          | 102.4                      | 0.3   |
| Mg                                       | 279.553 r            | 50                 | ND             | 102.8                      | 0.07  |
| K  | 766.491 r            | 50                 | 236.0          | 90.2                       | 0.3   |
| Ca                                       | 317.933 r            | 50                 | 1.0            | 102.0                      | 0.3   |
| As                                       | 189.042              | 5                  | ND             | 103.0                      | 1.0   |
| Cd                                       | 214.441              | 5                  | ND             | 98.3                       | 0.2   |
| Cu                                       | 324.754              | 5                  | 0.01           | 98.2                       | 0.4   |
| Pb                                       | 220.353              | 5                  | ND             | 97.9                       | 0.4   |
| Zn                                       | 206.200              | 5                  | 0.015          | 99.5                       | 0.3   |
| Ni                                       | 231.604              | 5                  | ND             | 98.0                       | 0.4   |
| Co                                       | 228.615              | 5                  | 0.40           | 98.1                       | 0.3   |
| Mn                                       | 257.610              | 5                  | 0.012          | 98.6                       | 0.4   |

Tabla 9

## CONCLUSIONES

Se realizó el análisis de bebidas utilizando la Teledyne Leeman Labs Prodigy7 ICP-OES.

Los datos de recuperación demuestran que todos los elementos se encontraban dentro de  $\pm 20\%$  de las concentraciones previstas. Esto indica que el método está libre de interferencias de matriz.

El uso de patrón interno minimiza las diferencias en la nebulización de las diferentes muestras con una mejora en la precisión analítica. El concepto de imagen estabilizada del plasma combinado con la recolección simultánea de datos pico y fondo proporciona resultados excepcionalmente precisos y estables.

Teniendo en cuenta la fiabilidad de los resultados y la sencillez del tratamiento de la muestra, el Prodigy7 ICP-OES con rapidez y precisión determina el contenido de minerales y metales pesados en una gran variedad de bebidas.

Los resultados de este estudio fueron comparados con los límites máximos aceptables en el agua potable tal como se define por la USEPA. La mayoría de los contaminantes se encontraron por debajo de los límites permisibles establecidos por la USEPA y la OMS con la excepción de arsénico (As) en el vino tinto de California, que superó los límites regulados. El contenido de metales pesados en las bebidas puede ser debido en parte a la concentración de esos elementos en ingredientes de la bebida (aditivos), así como por la composición de los suelos y las condiciones externas de crecimiento de frutos y la cosecha.

## REFERENCIAS

- ① Niveles máximos de contaminantes y las fechas de regulación para el agua potable - los E.E.U.U. EPA VS California,  
Última actualización julio de 2014 ; California Environmental Protection Agency - tablero de Control de recursos de agua del estado: Sacramento, CA. 2014.  
[http://www.waterboards.ca.gov/drinking\\_water/certlic/drinkingwater/documents/dwdocuments/MCLsEPAvsDWP-2014-07-01.pdf](http://www.waterboards.ca.gov/drinking_water/certlic/drinkingwater/documents/dwdocuments/MCLsEPAvsDWP-2014-07-01.pdf) (consultado el 22 de julio de 2016)
  
- ② Organización Mundial de la salud. Directrices para la calidad del agua potable - 4th Ed.; Ginebra, Suiza, 2011  
[http://apps.who.int/iris/bitstream/10665/44584/1/9789241548151\\_eng.pdf](http://apps.who.int/iris/bitstream/10665/44584/1/9789241548151_eng.pdf) (consultado el 22 de julio de 2016)



