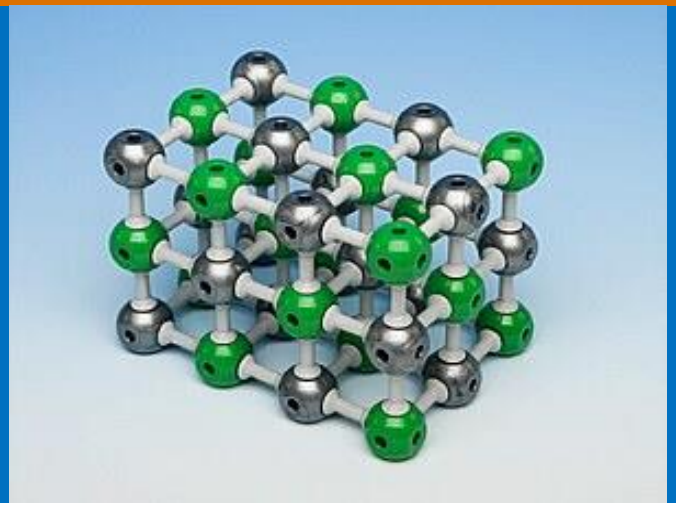
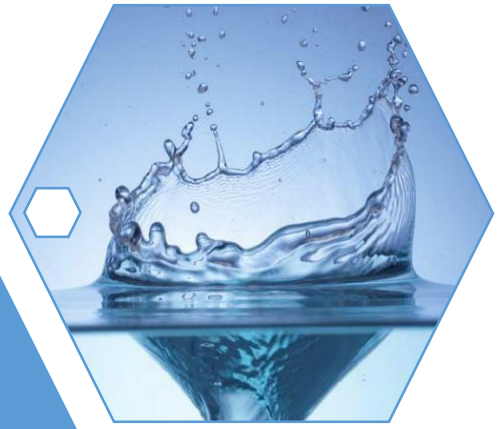
SEMINARIO:
“METODOLOGIAS ANALITICAS APLICABLES AL ETIQUETADO NUTRICIONAL”

METODOLOGIA ANALISIS DE SODIO (Ley 20606)

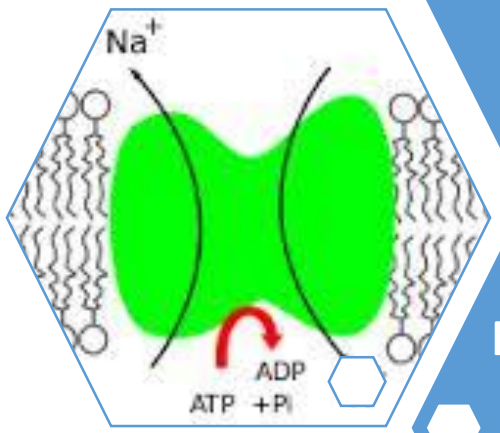
Nataly Piña – Eurofins



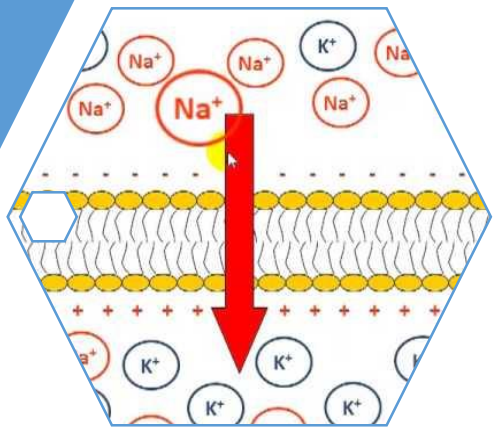
Sodio: Funciones Biológicas



Interviene en el equilibrio ácido-base



Interviene en la transmisión de impulso nervioso



Regula Presión osmótica y el reparto de agua

Sodio en la Industria Alimentaria

El principal efecto que la sal tiene en microorganismos es reducir la actividad del agua en los alimentos. Favorece la conservación

Ofrece un vehículo para distribuir uniformemente los micro ingredientes (sabores, vitaminas, antioxidantes) . Influye en las características organolépticas

Otras sales de sodio son utilizadas en preservantes (benzoato de Na), agentes de levadura, (bicarbonato de Na), agentes espesantes (Caseinato de Na), agentes de curado (nitrato de sodio).

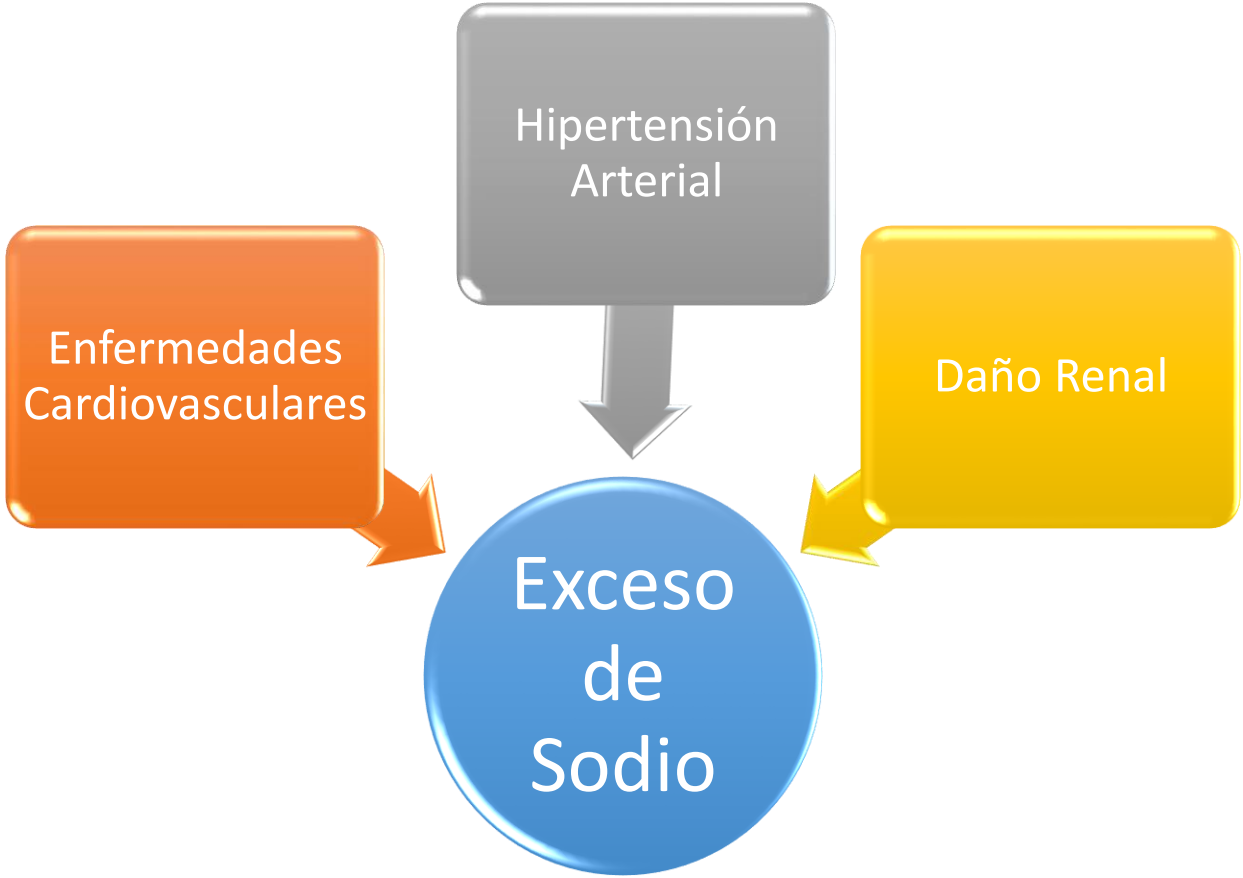
Etiquetado Nutricional Obligatorio: Sodio

- USDA señala que el promedio del contenido natural de sal en alimentos representa solo el 10% del consumo total, mientras que la sal que se añade durante la cocción o en la mesa es entre 5 a 10% adicional del total que se consume.
- Esto significa que un 75% de sal consumida es agregada por los fabricantes.

Enfermedades Crónicas no trasmisibles

Existen antecedentes científicos y técnicos que demuestran la relación entre el consumo excesivo de sodio y el desarrollo de enfermedades no transmisibles.

Se debe reducir el consumo excesivo de nutrientes críticos en la población.



Sodio y Etiquetado Nutricional Obligatorio ENOA

- Sodio solo se podrá exceder hasta un 20% del valor declarado en el Rotulo.
- Cuando se declaran propiedades nutricionales o mensajes saludables , deberán estar presentes en una cantidad menor o igual al valor declarado en el rótulo.

Sodio y Ley 20606

- Cuando a un alimento o producto alimenticio se le haya adicionado sodio y su contenido supere el valor establecido, deberá rotular la o las características nutricionales relativas al nutriente adicionado.

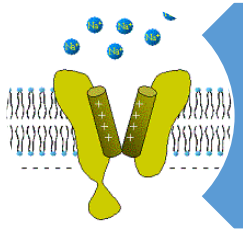
Alimentos Sólidos	Alimentos Líquidos
400mg/100g	100mg/100mL

Es un desafío reducir el nivel de sal en alimentos procesados

Reduciendo el Sodio

- FECHIPAN – MINSAL y programa de reducción de Sodio
- Acuerdos voluntarios de reducción de nutrientes críticos: en este ámbito el ejemplo más exitoso es el acuerdo con FECHIPAN y ASACH para reducir el contenido de sodio en pan.
- En 2010 se definió pasar de 700 mg de sal por cada 100 g de pan a 400 mg para 2014

Sodio, Nutriente Crítico



Funciones Biológicas

Industria Alimentos

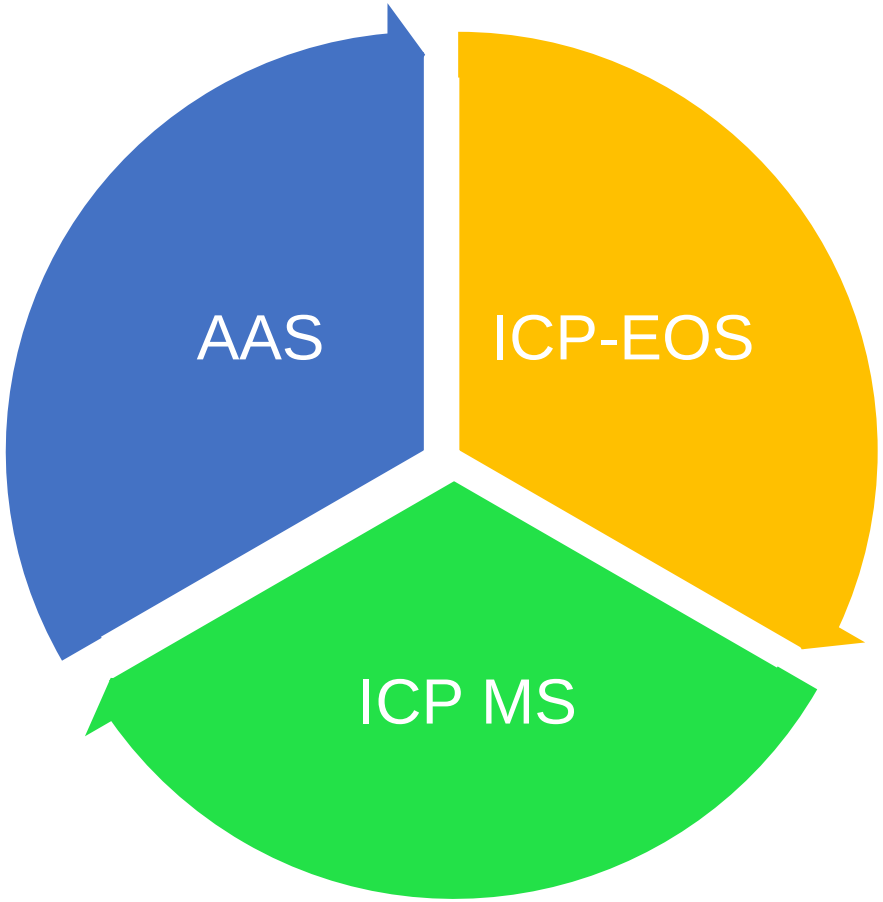
Enfermedades crónicas no **transmisible**

Etiquetado Nutricional Obligatorio

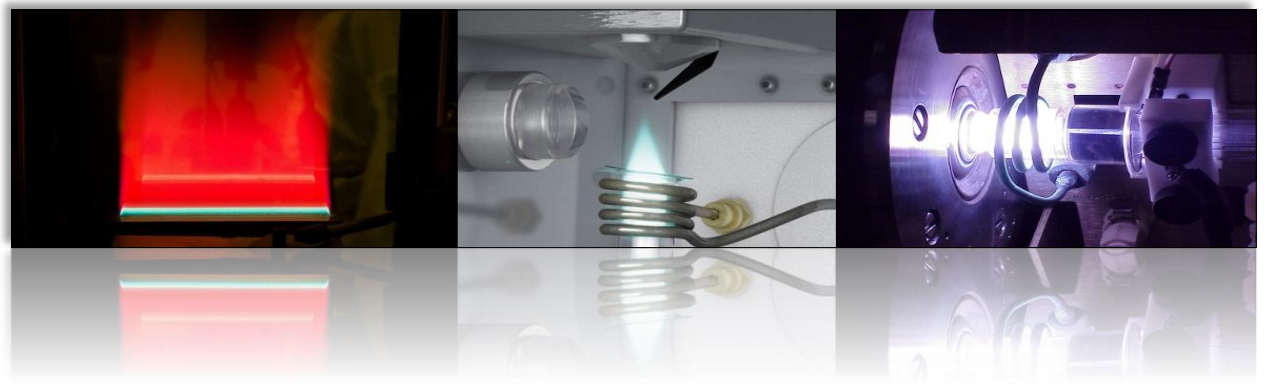
Clasificación de los métodos de Espectroscopia Atómica

Método de Atomización	Temperaturas de atomización (°C)	Tipo de espectroscopia	Técnica
Plasma acoplado inductivamente (ICP)	6000-8000	Emisión	Espectroscopia de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente (ICP- AES)
Llama	1700 - 3150	Absorción	Espectroscopia de Absorción Atómica (AAS)
		Emisión	Espectroscopia de emisión atómica (AES)
		Fluorescencia	Espectroscopia de fluorescencia atómica (AFS)
Electrotérmico	1200-3000	Absorción	AAS Electrotérmica
		Fluorescencia	AFS Electrotérmica
Plasma de corriente continua	5000-10000	Emisión	Espectroscopia de Plasma de corriente continua
Arco eléctrico	3000-8000	Emisión	Espectroscopia de emisión de fuente de arco
Chispa eléctrica	Varía con el tiempo y la posición.	Emisión	Espectroscopia de emisión de fuente de chispa

Metodologías Disponibles

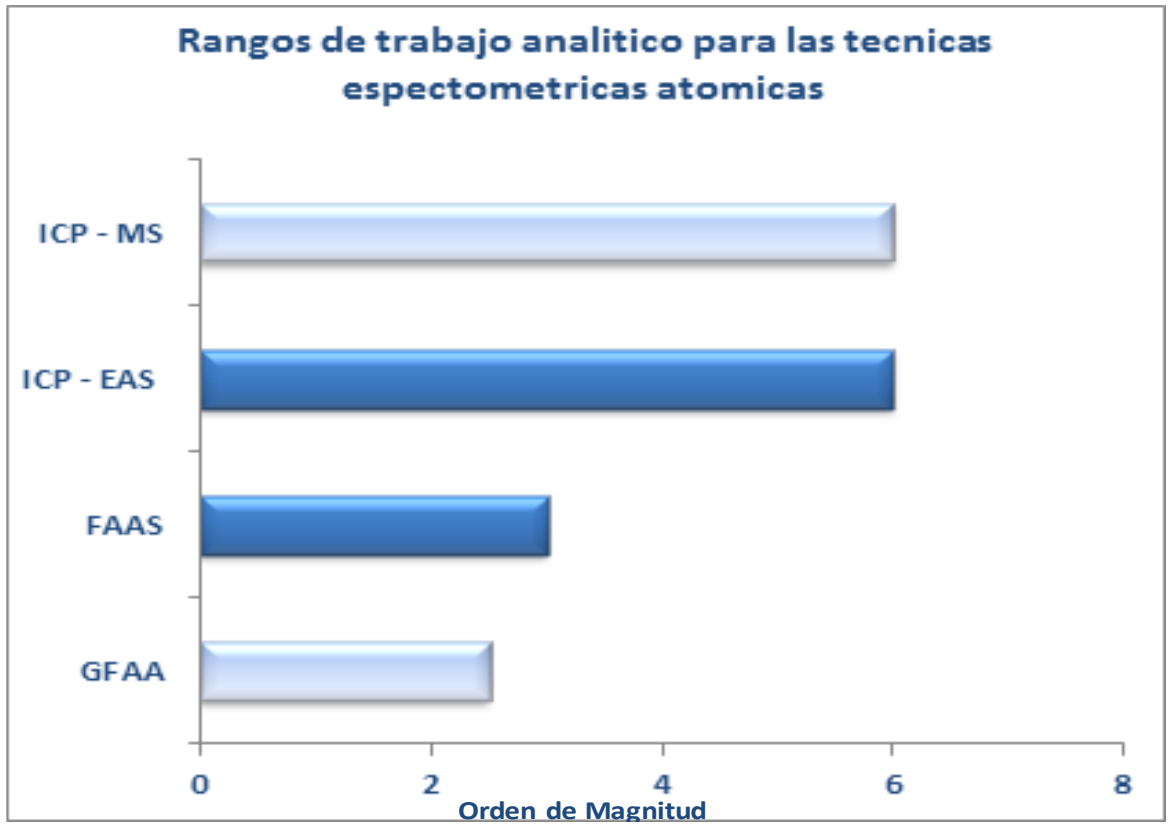


- Existe gran variedad de métodos de análisis para Sodio, principalmente basados en análisis instrumental.



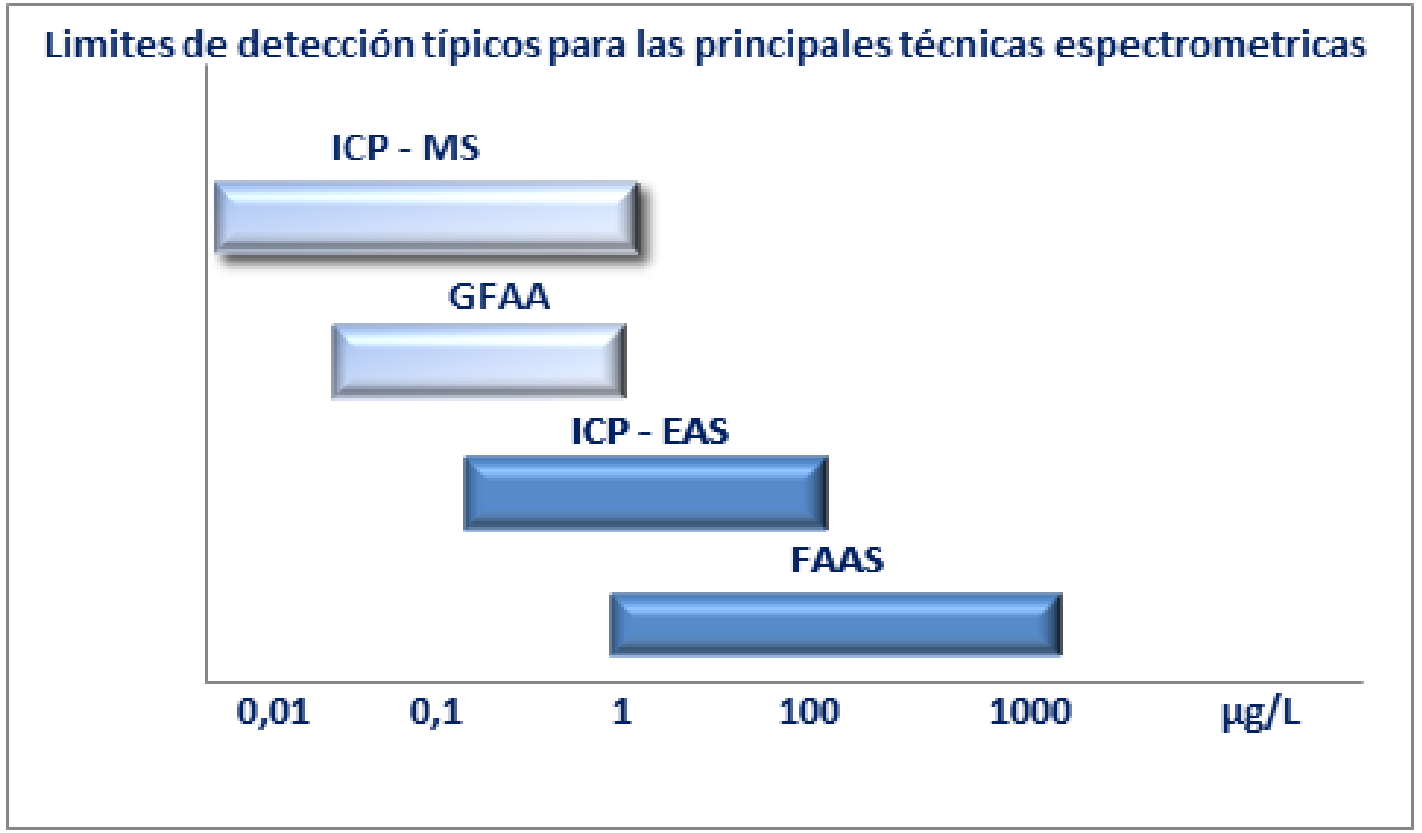
Diferencia de Rangos de Trabajo

- Método ICP tiene intervalos lineales de concentración de varias decenas de ordenes de magnitud a diferencia de absorción atómica que solo abarcan dos o tres ordenes.



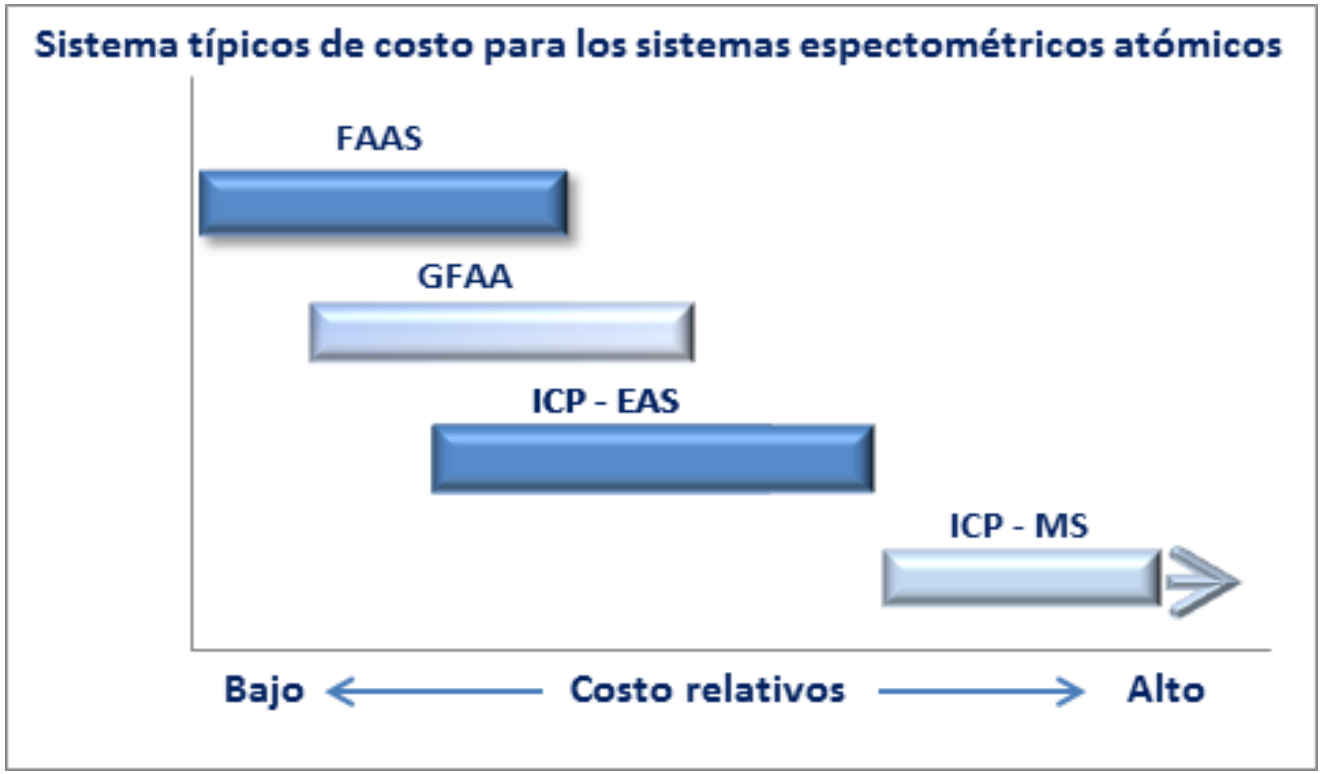
Limites de Detección

- Técnicas de ICP limites mas bajos limites de detección que AAS



Costos Relativos

- Equipos ICP de mayor resolución y mas caros que los AAS



Limitaciones

Cantidad de Muestra

Utilizan baja cantidad de muestra

Se debe asegurar que sea representativa del lote de producción .

Molienda

La molienda debe ser homogénea

Ausencia de disposiciones para la homogenización

Digestión

Controlar las fuentes de contaminación (pureza de ácidos, agua)

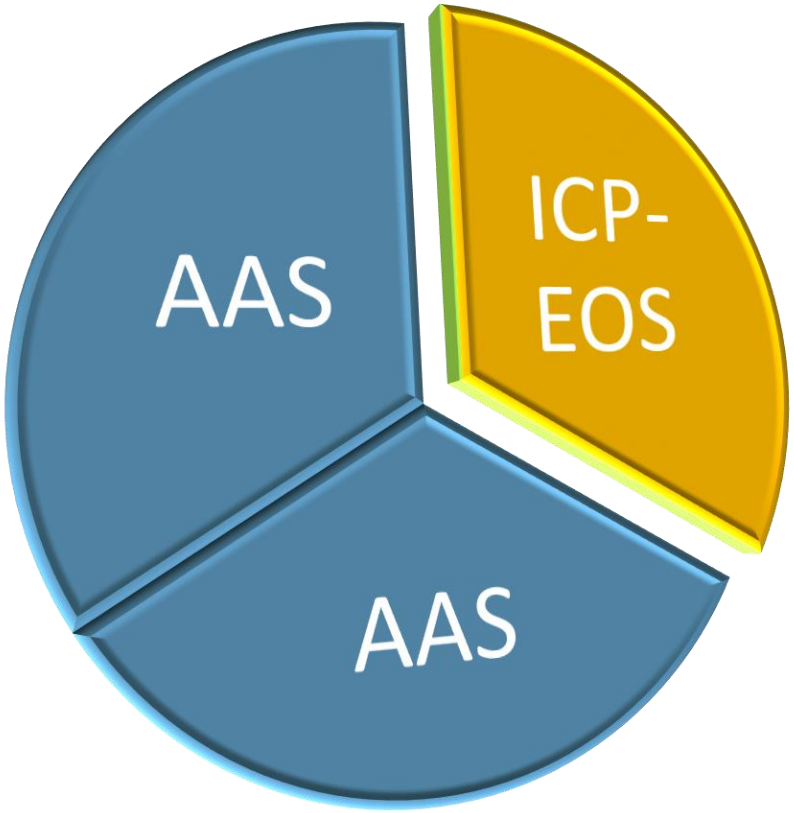
Asegurar que la digestión sea completa, evitar perdida

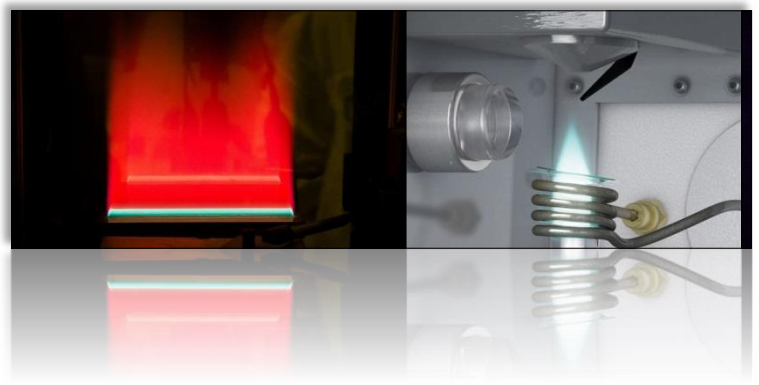
Competencia y expertiz del analista

- Selección de método de digestión de acuerdo al tipo de matriz
- Trabajar en rango lineal dentro del rango esperado de las muestras, eliminar las interferencia.

Metodologías de mayor aplicación en la Actualidad

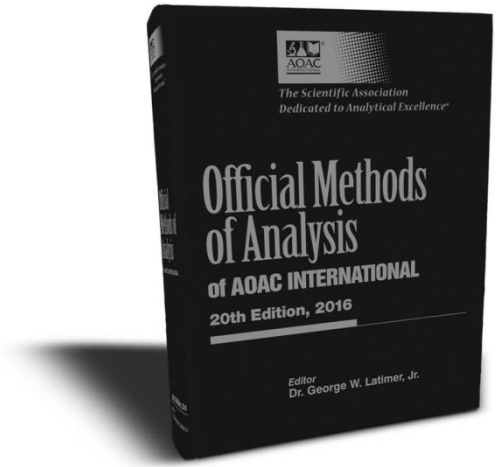
- AAS e ICP-EOS son las técnicas disponibles en Chile





Metodologías Disponibles Sodio Alimentos

N°	Análisis	Método	Referencia
1	Sodio (Na)	F-AAS	ISP/AOAC 985.35
2	Sodio (Na)	F-AAS	Basado en AOAC 969.23
3	Sodio (Na)	ICP-OES	Basado en AOAC 984.27



Digestión de Muestras

Vía Seca

- **Consisten en calcinar la muestra a 450-600 ºC en una capsula. Asegura la eliminación completa de la materia orgánica.**
- **Posibles interferencias por volatilización y perdida de muestra.**
- **Limitación de tiempo.**

Vía Húmeda

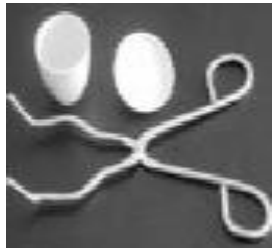
- **Consiste en calentar la muestra con ácidos oxidantes o sus mezclas en un sistema abierto.**
- **Limitada para ciertas matrices de alimentos.**

Microonda

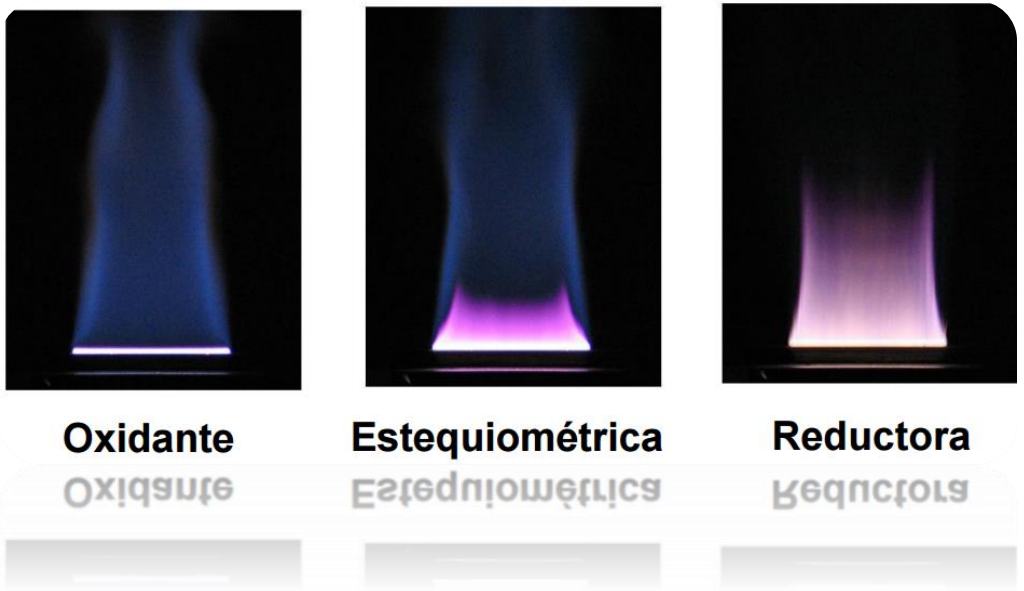
- **Se basa en la interacción directa de la radiación electromagnética con los disolventes empleados en la muestra en un sistema cerrado**
- **Menor tiempo de digestión por tanto en la preparación.**

Digestión de Muestras

VÍA SECA **VÍA HUMEDA** **VÍA MICROONDA**

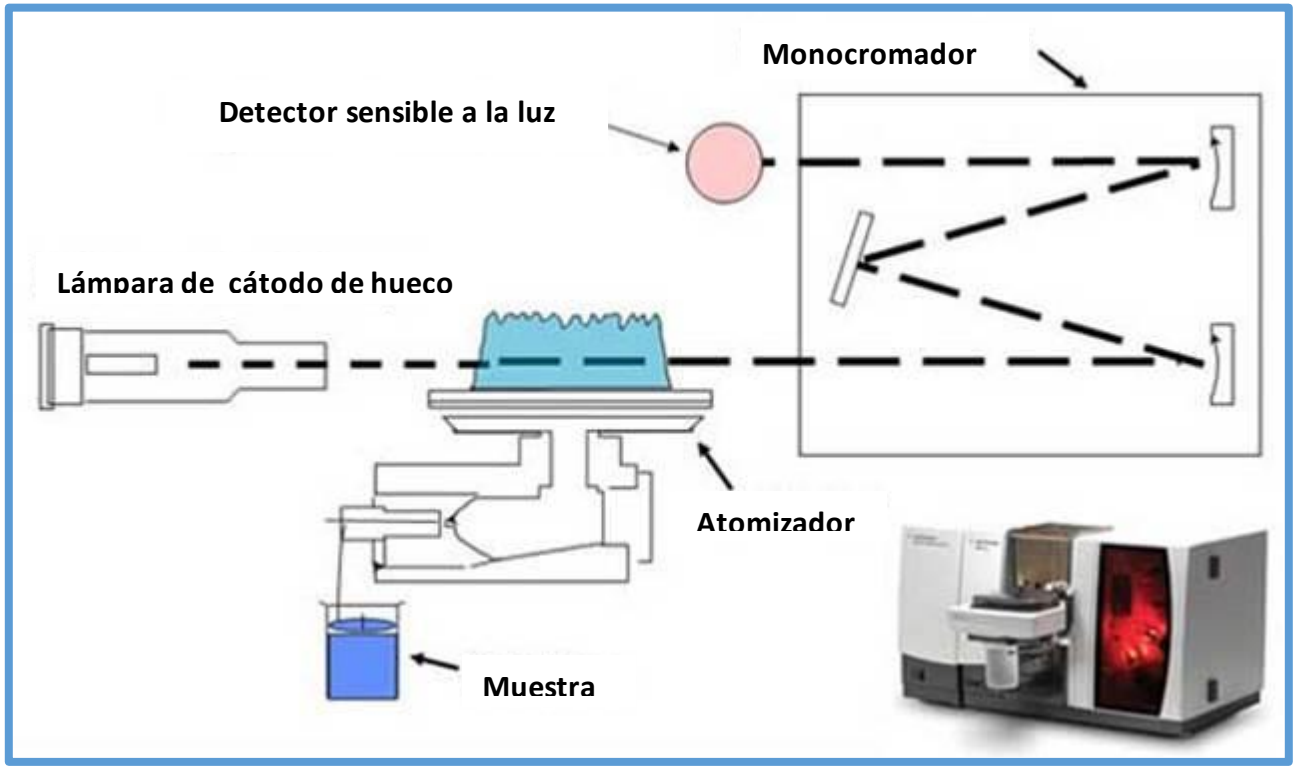


Se puede asegurar la digestión de las muestras utilizando materiales de referencia certificado similar a la matriz a analizar.



Espectroscopia de Absorción Atómica AAS

Fundamento AAS



- La muestra es aspirada a una llama donde es atomizada y la población de átomos absorben radiación característica proveniente de una fuente de emisión de líneas atómicas de Na. La relación entre potencias incidente y potencia transmitida es una medida de la concentración de Na.
- Las absorbancias de la muestra medidas se comparan con las absorbancia de patrones de concentración conocida

Parámetros del Método

Equipo AAS	Sodio (Na)
Parámetros a Optimizar	Longitud de Onda (589,0 nm-589,6nm-330,3 nm)
	Rango lineal
	Sensitividad
	Tipo de Llama
	Combustible quemador
	Lámpara Cátodo hueco (alineación)
	Mechero (Vertical-Horizontal)

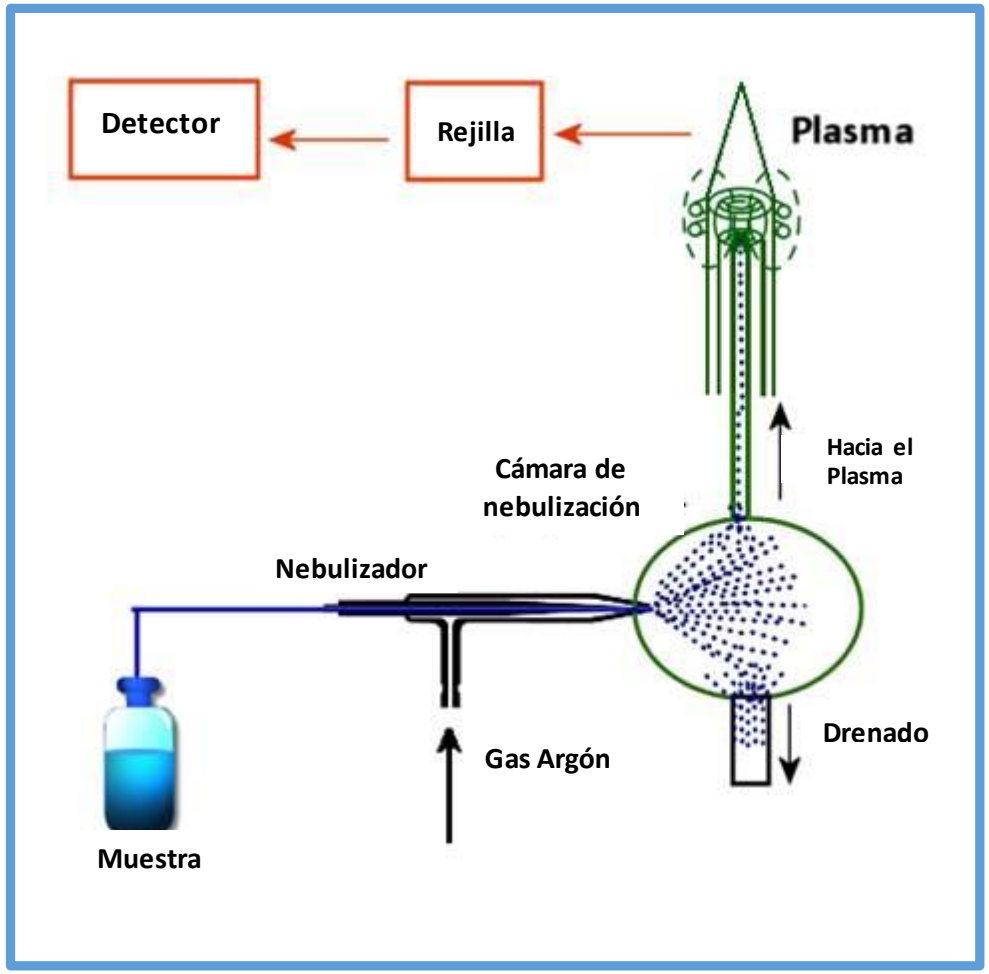
Seleccionar la longitud de onda de acuerdo al rango de concentración de las muestras.
Habitualmente líneas de mayor longitud de onda presentan menor interferencia.
Se debe verificar la linealidad de la curva de calibración (ley de Lambert -Beer).
Validación del método para las distintas familias de matrices.

Determinación Sodio AAS

Método	Aplicación	Limitaciones /interferencias	Ventajas
AAS	**Todos los alimentos**	**Interferencias Químicas** (compuestos termoestables) **Interferencias Físicas (**viscosidad, tensión superficial o presión de vapor) **Interferencias de Ionización** (supresor de ionización) **Interferencias de Espectrales** (superposición de 2 líneas atómicas) **Método destructivo de análisis.** **No se pueden hacer determinaciones simultáneas de varios elementos.**	***Menores costos de operación*** ***Alta sensibilidad, bajos limites de detección*** ***Uso de equipo mas simple y rapido.***

Espectroscopia de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente ICP EOS

Fundamento ICP EOS



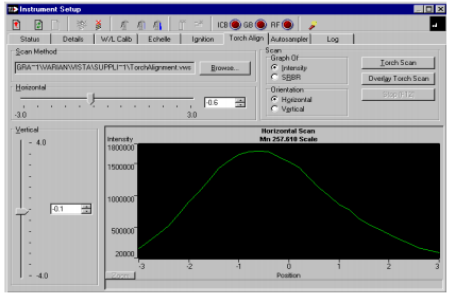
- La introducción continua de la muestra líquida en un sistema de nebulización forma un aerosol que es transportado por el Argón a la antorcha del plasma, acoplado inductivamente por radio frecuencia. En el plasma, debido las altas temperaturas generadas, los analitos son atomizados e ionizados generándose los espectros de Emisión atómicos de líneas características.

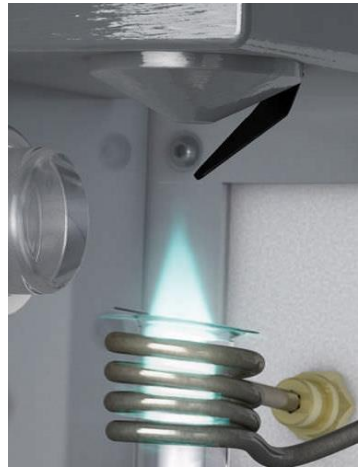
- Las intensidades de medición de la muestra se comparan con las intensidades de patrones de concentración conocida.

Parámetros del Método

Equipo ICP EOS	Sodio (Na)
Parámetros a Optimizar	Longitud de onda
	Potencia
	Flujo Nebulizador
	Flujo Plasma
	Flujo Gas auxiliar
	Height
	Velocidad Bomba peristáltica

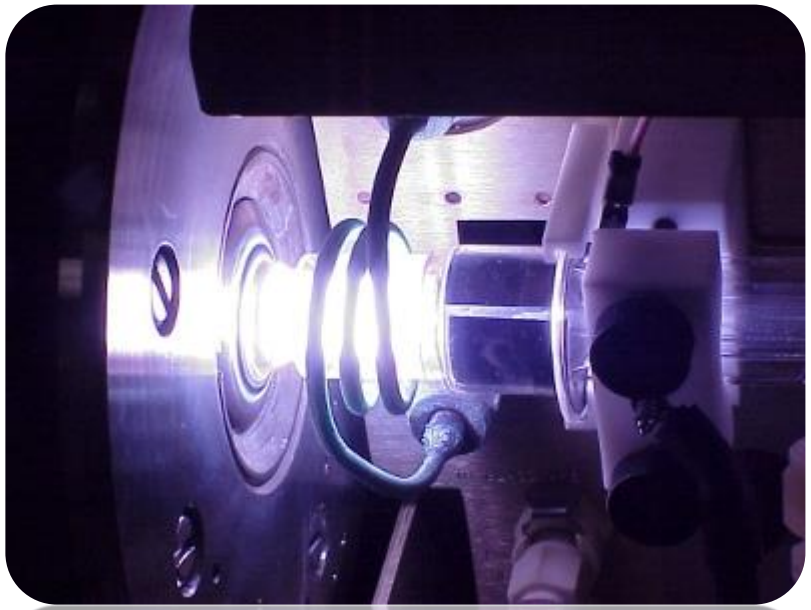
Optimizar la selección de líneas y condiciones del método.
Se debe verificar la linealidad de la curva de calibración (ley de Lambert - Beer).
Validación del método para las distintas familias de matrices.





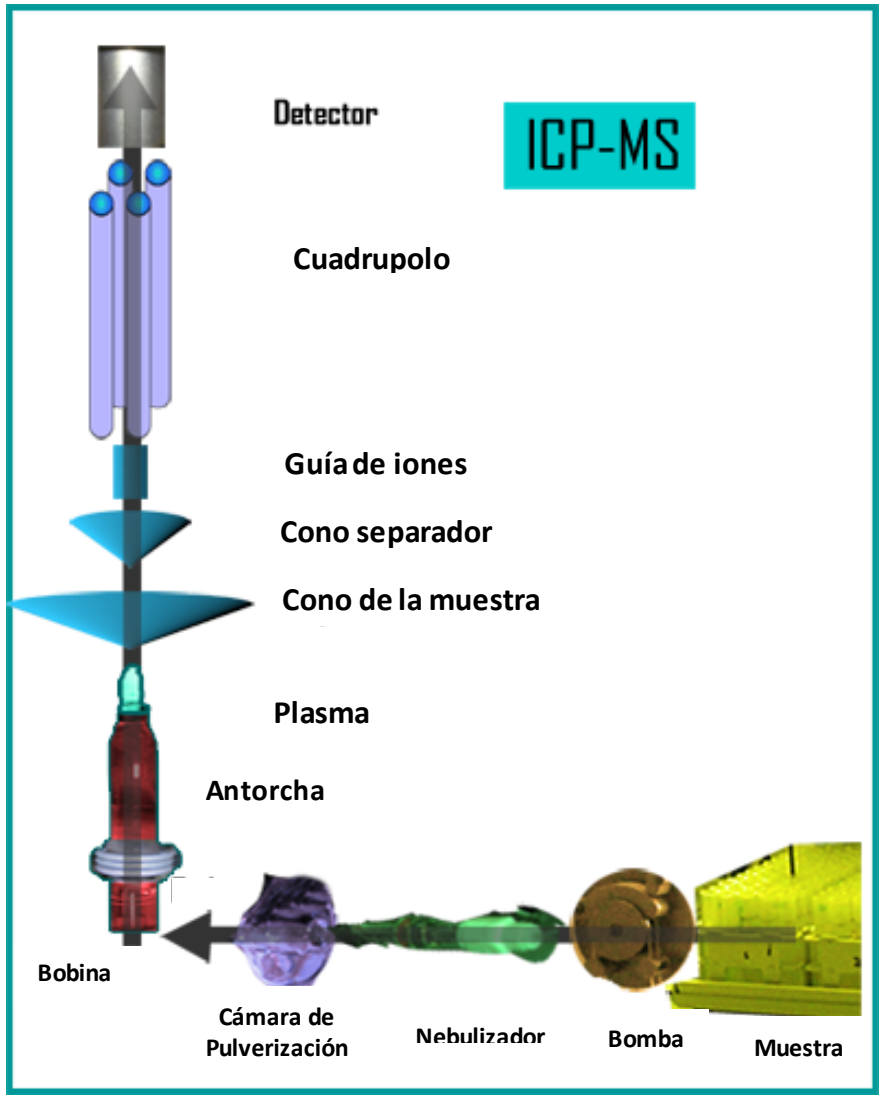
Determinación Sodio ICP EOS

Método	Aplicación	Limitaciones /interferencias	Ventajas
ICP –EOS	**Alimentos**	***Interferencias Físicas (***contenido de ácidos, salino, densidad, viscosidad, partículas) ***Interferencias Químicas*** ***Inferencias por Ionización (***líneas atómicas de baja energía) ***Interferencias Espectrales (***Selección de líneas alternativas) ***Limitaciones: Costos operativos***	**Preciso** **Amplio espectro de elementos que se pueden analizar en corto tiempo** **Pocas interferencias químicas, la atomización es casi completa.** ***Menor interferencia entre elementos (T° mas elevadas)*** ***Permite determinar bajas concentraciones de elementos*** **Respuestas lineales a lo largo de un amplio rango de concentraciones de analito**



Técnica a futuro para determinación de sodio ICP MS

Fundamento ICP MS



- La ICP-MS combina la alta energía de un plasma inductivamente acoplado con la espectrometría de masas para proporcionar una técnica altamente sensible capaz de determinar multi-elementos a niveles de una parte por trillón

Determinación Sodio ICP MS

Método	Aplicación	Limitaciones /interferencias	Ventajas
ICP -MS	Alimentos	*Factores que afectan la robustez del método: Condiciones Instrumentales* *Factores que afectan la exactitud : Interferencias espectrales, de la matriz y control de blancos* *Factores que afectan la precisión: Fluctuaciones del plasma.*	Comparado con la espectroscopia de absorción atómica con llama y la ICP-OES, la técnica ICP-MS ofrece una sensibilidad mucho mayor, y puede ser utilizada en una gran variedad de aplicaciones, incluyendo la especiación isotópica.

Conclusiones

- **Ambos métodos analizados AAS y ICP son altamente fiables, pero han de estar correctamente optimizados en función de la aplicación para obtener la sensibilidad necesaria. Optimizar condiciones del método, selección de líneas, calibraciones etc.**

- **La matriz influye en como optimizar el método.**

- **El método debe estar validado para las diferentes familias de matrices y preferentemente acreditado para asegurar al competencia.**

- **Ambos métodos permiten determinar niveles bajos de concentración siendo el ICP mas sensible y optimo en concentraciones bajas.**

- **Se debe asegurar una digestión completa, la eficacia depende de la matriz de la muestra y lo cual se puede asegurar con materiales de referencia.**

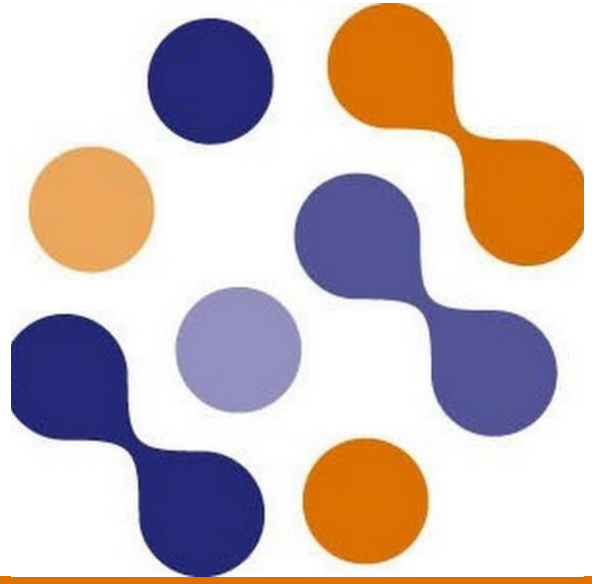
Conclusiones

- **Es importante la competencia y expertiz del analista para poder manejar las distintas matrices, como optimizar las metodologías, conocer las distintas interferencias y como eliminarlas**

- **Método ICP permite respuestas lineales a lo largo de un amplio rango de concentración de analito a diferencia de los métodos de AAS que solo abarcan dos a tres ordenes de magnitud.**

- **El método de AAS tiene menor costo sin embargo el método ICP puede analizar en menor tiempo mas muestras y esto reducir el costo por muestra.**

- **Ambos métodos requieren de controles de calidad adecuados como blancos, patrones independientes, muestra control o muestra certificada.**



GRACIAS