

# CONTRIBUCIÓN DEL INTI AL MANTENIMIENTO DE LA CADENA DE TRAZABILIDAD EN LAS MEDICIONES DE CALCIO, MAGNESIO Y MANGANESO EN SUPLEMENTOS DIETARIOS

H. Lozano<sup>(1)</sup>, M. Puelles<sup>(1)</sup>

hlozano@inti.gov.ar

(1) Dto. Metrología en Ambiente y Salud-DT Metrología Química-SOMCel-GOMyC-INTI

Palabras Clave: Suplementos dietarios; Espectroscopia atómica; Validación

## INTRODUCCIÓN

Los suplementos dietarios minerales se encuentran comercialmente disponibles en forma de tabletas, cápsulas, polvos y soluciones, y permiten complementar dietas con una ingesta insuficiente de nutrientes. La cantidad de minerales que se declaran en los rótulos de los productos deben ser respaldados por métodos de medición confiables y una cadena de trazabilidad ininterrumpida que permita garantizar los valores declarados, a fin de resguardar la salud pública. En este sentido, mediante la asignación de valor a las mediciones de elementos minerales en muestras de suplementos dietarios el INTI, en su rol de Instituto Nacional de Metrología, contribuye al mantenimiento de esta cadena de trazabilidad.

## OBJETIVOS

El objetivo general de este trabajo es ampliar la oferta metroológica del Instituto en el área de metrología química de alimentos.

El objetivo específico es desarrollar y validar un método para la cuantificación de calcio, magnesio y manganeso en muestras de suplementos dietarios.

## DESARROLLO

En el marco de la comparación clave S10 organizada por el Comité Consultivo de Cantidad de Materia del *Asian Pacific Metrology Programme* (APMP-QM) [1], se diseñó un método de digestión por microondas para muestras de suplementos dietarios minerales y posterior cuantificación del contenido de calcio, magnesio y manganeso por espectroscopia de emisión atómica por plasma de acoplamiento inductivo (MD-ICP-OES). La digestión se hizo por etapas utilizando un horno de microondas marca CEM modelo MDS 200. En total, se realizaron tres etapas de digestión, cada una con una mezcla de ácidos distinta. La medición se realizó

utilizando un espectrofotómetro de emisión atómica por plasma marca Perkin Elmer modelo 7300DV, con los parámetros de medición optimizados para estos elementos.

El ensayo se realizó sobre la muestra previamente secada a temperatura ambiente, durante 20 días en desecador con sulfato de calcio como agente desecante, a temperatura y humedad controlada. La tabla 1 resume los parámetros de digestión y medición.

<b>Digestión</b>	Masa de muestra	500 mg
	Replicados	3
	Etapa 1: HNO <sub>3</sub> /HF	600 W, 26 min, 120 psi
	Etapa 2: HCl	600 W, 10 min, 125 psi
	Etapa 3: H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	600 W, 10 min, 50 psi
<b>Medición</b>	Calibración	Adición estándar gravimétrica
	Potencia del plasma	1300 W
	Modo de lectura	Radial (Ca, Mg) y axial (Mn)
	Caudal de plasma	15 l/min
	Caudal de gas auxiliar	0.2 l/min
	Caudal del nebulizador	0.8 l/min
	Caudal de muestra	2.5 ml/min
	Procesamiento de la señal	Área de pico

Tabla 1: Condiciones de digestión y de medición.

Entre los parámetros de validación del método, se evaluó la veracidad (a partir del cálculo de la recuperación sobre muestras fortificadas), la precisión (a partir del desvío estándar relativo de las tres mediciones independientes) y la linealidad de las curvas de calibración (a partir del coeficiente de correlación R<sup>2</sup>). La incertidumbre del método se estimó de acuerdo con las recomendaciones de la guía ISO-GUM [2].

**RESULTADOS**

En la tabla 2 se muestran los parámetros de la validación del método desarrollado.

	Ca	Mg	Mn
Veracidad (%Recuperación)	98.6	100.4	102.1
Precisión (%RSD)	1.86	2.04	4.21
Linealidad (R <sup>2</sup> )	>0.995	>0.995	>0.995
Incertidumbre expandida (%)	5.0	7.0	8.0

Tabla 2: Parámetros de validación.

La figura 1 muestra los resultados obtenidos (expresados como grados de equivalencia porcentuales) en el interlaboratorio S10 para todos los participantes.

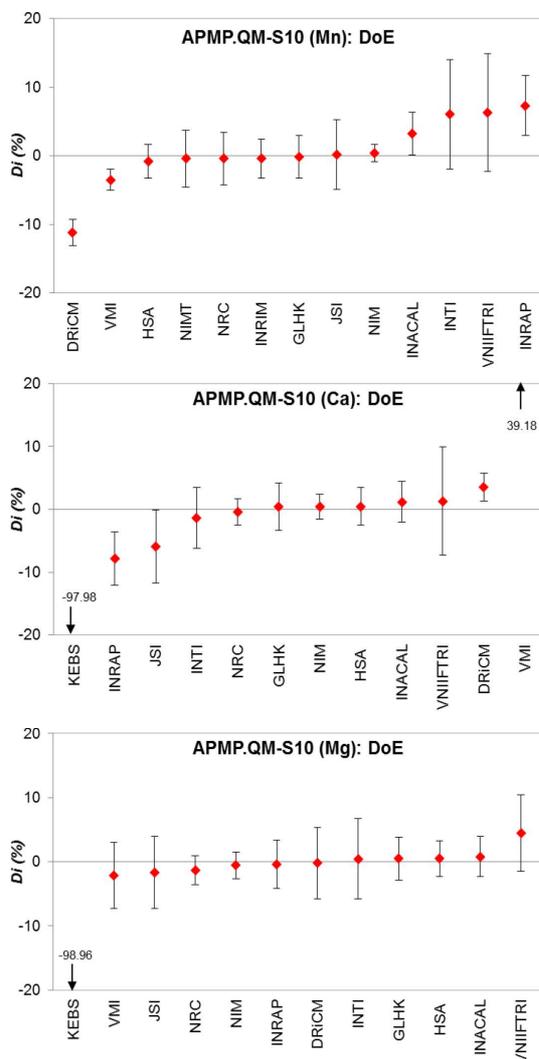


Figura 1: Grados de equivalencia en el ensayo de comparación S10 organizado por APMPQM.

**DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES**

El método desarrollado permite la cuantificación de los elementos mencionados en muestras de suplementos dietarios. Los valores de precisión, veracidad e incertidumbre están en el orden de los esperables para la matriz analizada [3], y se consideran aptos para el propósito.

La buena correlación entre el valor reportado y el valor de consenso de la comparación clave le permite al INTI ampliar la cantidad de capacidades de medición y calibración (CMC's) en el marco del acuerdo de reconocimiento mutuo (MRA) del Buró Internacional de Pesas y Medidas (BIPM), lo que supone una ampliación en la oferta tecnológica del INTI en metrología química y una contribución al sostenimiento de las cadenas de trazabilidad en las mediciones químicas.

**AGRADECIMIENTOS**

Los autores agradecen a los doctores Alvin Wai Hong Fung y Yuk Tai Tsoi del Laboratorio Gubernamental de Hong Kong (GLHK) por la organización y coordinación de la comparación clave S10.

**REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

[1] Hatamleh N., et. al. "Final Report on APMP.QM-S10: elements in food supplement". Metrologia, 56, 1A, 2019, 08009.  
 [2] JCGM 100:2008 GUM 1995 with minor corrections. "Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement". BIPM. First edition September 2008.  
 [3] Senila M., et. al. "Validation and measurement uncertainty evaluation of the ICP-OES method for the multi-elemental determination of essential and nonessential elements from medicinal plants and their aqueous extracts". Journal of Analytical Science and Technology, 5, 1, 2014, 1-9.