



CATÓLICA
UNIVERSIDADE CATÓLICA PORTUGUESA | PORTO
Escola Superior de Biotecnologia



Espectrometría de infrarrojo y análisis en flujo para la determinación de compuestos químicos en alimentos

Andrea C. Galvis-Sánchez, Ildikó V. Tóth, Susana Ganito, Ivonne Delgadillo y António O. Rangel



COLOMBIA
CIBIAVII
Congreso Iberoamericano de Ingeniería de Alimentos

Integrando la Ingeniería de Alimentos con el Bienestar
BOGOTÁ - SEPTIEMBRE 6 AL 9 DE 2009

Orden

❖ **Descripción del problema**

❖ **Metodologías aplicadas**

Métodos automáticos - Determinación turbidimétrica

Determinación directa - IR-MID

❖ **Resultados**

❖ **Conclusiones**

Determinación de cloruro de sódio en sal

Recuperación - Forma tradicional de producción de sal



Foto 1: Producción artesanal de sal marina.

Potencial económico



Foto 2: Sal de exportación.

Medio ambiental



Foto 4: Parque Natural de la Ria Formosa
(Portugal)

Turístico



Foto 3: Local de marinas (Aveiro, Portugal)

Problema

Por qué es importante la determinación de compuestos químicos en alimentos?

- **Control y certificación** de la cadena agro-alimentar: producción biológica
- **Rastreabilidad**
- Cumplir con la **legislación**
- Garantizar la **confianza del consumidor**



NATURE ET PROGRES

Fédération Internationale d'agriculture
biologique

Une agriculture biologique, écologique,
équitable et durable dans la biodiversité

Problema - Determinación de cloruro de sodio en sal

Métodos disponibles:

- Complejos
 - Lentos
 - Participación humana elevada y especializada
 - Caros
 - Poco amigos del ambiente
-
- ✓ **Determinación volumétrica:** preciso (+); lento (-)
 - ✓ **Potenciometrica:** simple y económico (+); baja precisión (-)
 - ✓ **Absorción atómica:** alta precisión (+); elevado costo (-)

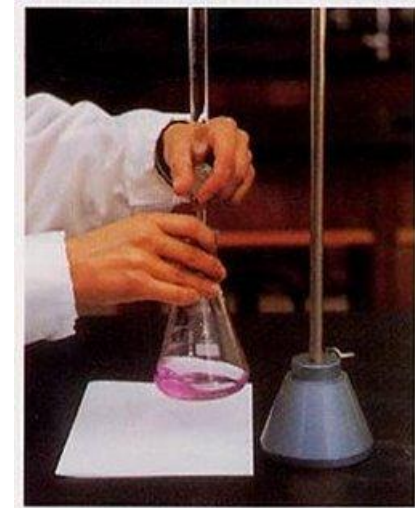
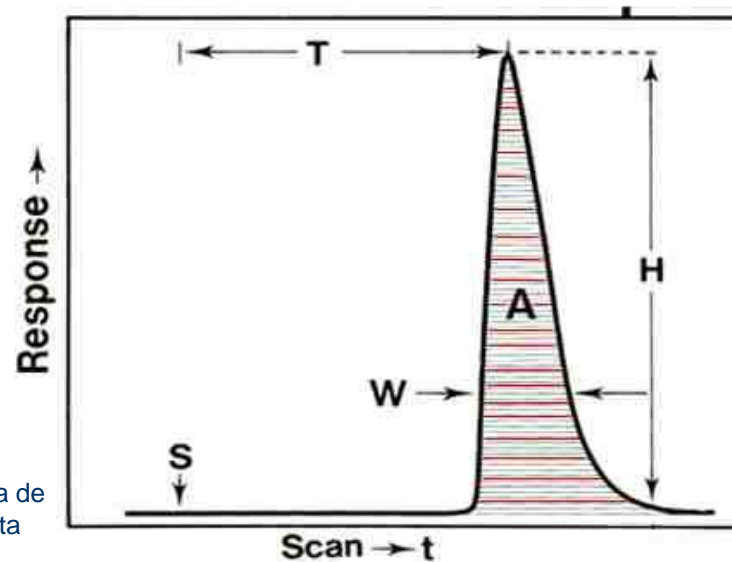
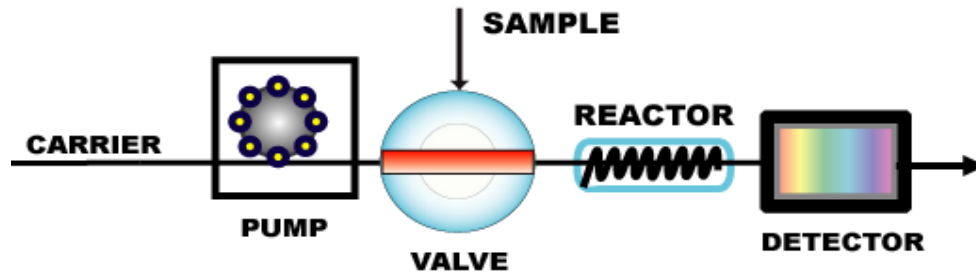


Foto 5: Titulación

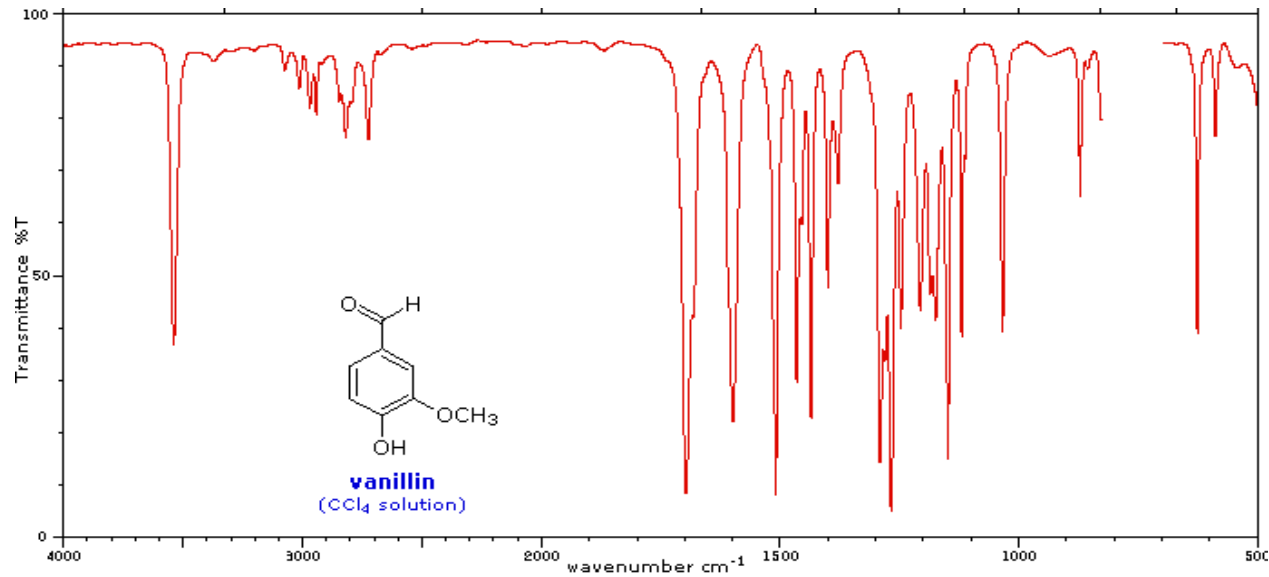
=> Necesidad de automatización

Análisis por inyección en flujo (FIA)



Características principales de un sistema de detección FIA: S: punto de inyección; W: anchura de la señal; A: área; H: altura; T: tiempo de respuesta

Otras metodologías: Espectroscopia de infrarrojo IR - MID



Espectro típico de IR-MID (zona 4000 – 400 cm⁻¹)

- Determinaciones analíticas de forma no-destructiva

Uso de métodos estadísticos – algoritmos para el estudio de procesos químicos

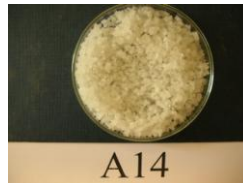
- ✓ Tratamiento de señales obtenidas vía instrumental (exe. IR, RMN, etc.)
 - ✓ Reconocimiento de propiedades identificativas de grupos químicos
 - ✓ Optimización de métodos
 - ✓ Mejor desempeño de laboratorios de análisis
-

Determinación turbidimétrica de cloretos en sal

■ Preparación de la muestra



1. Recolección de muestras



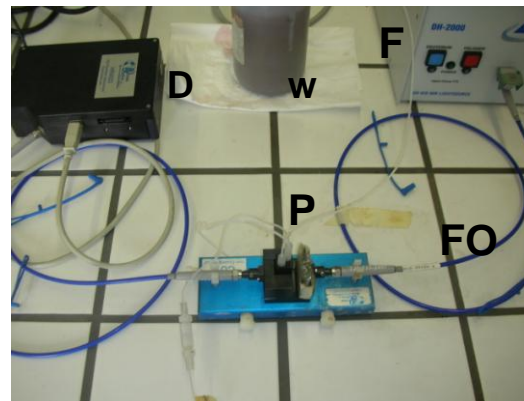
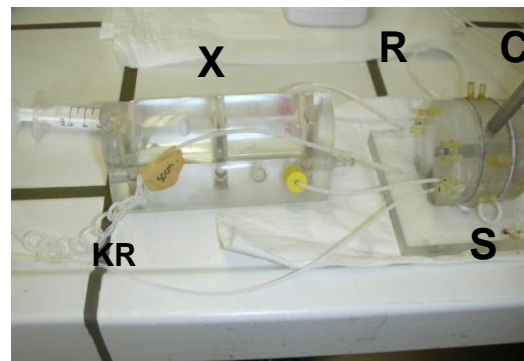
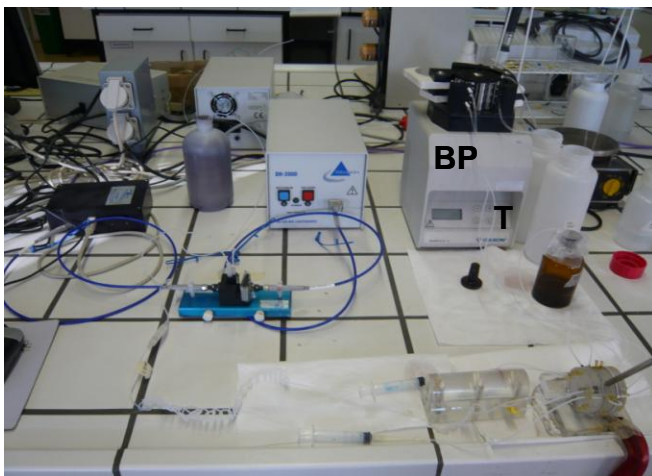
2. Clasificación



3. Dilución y análisis



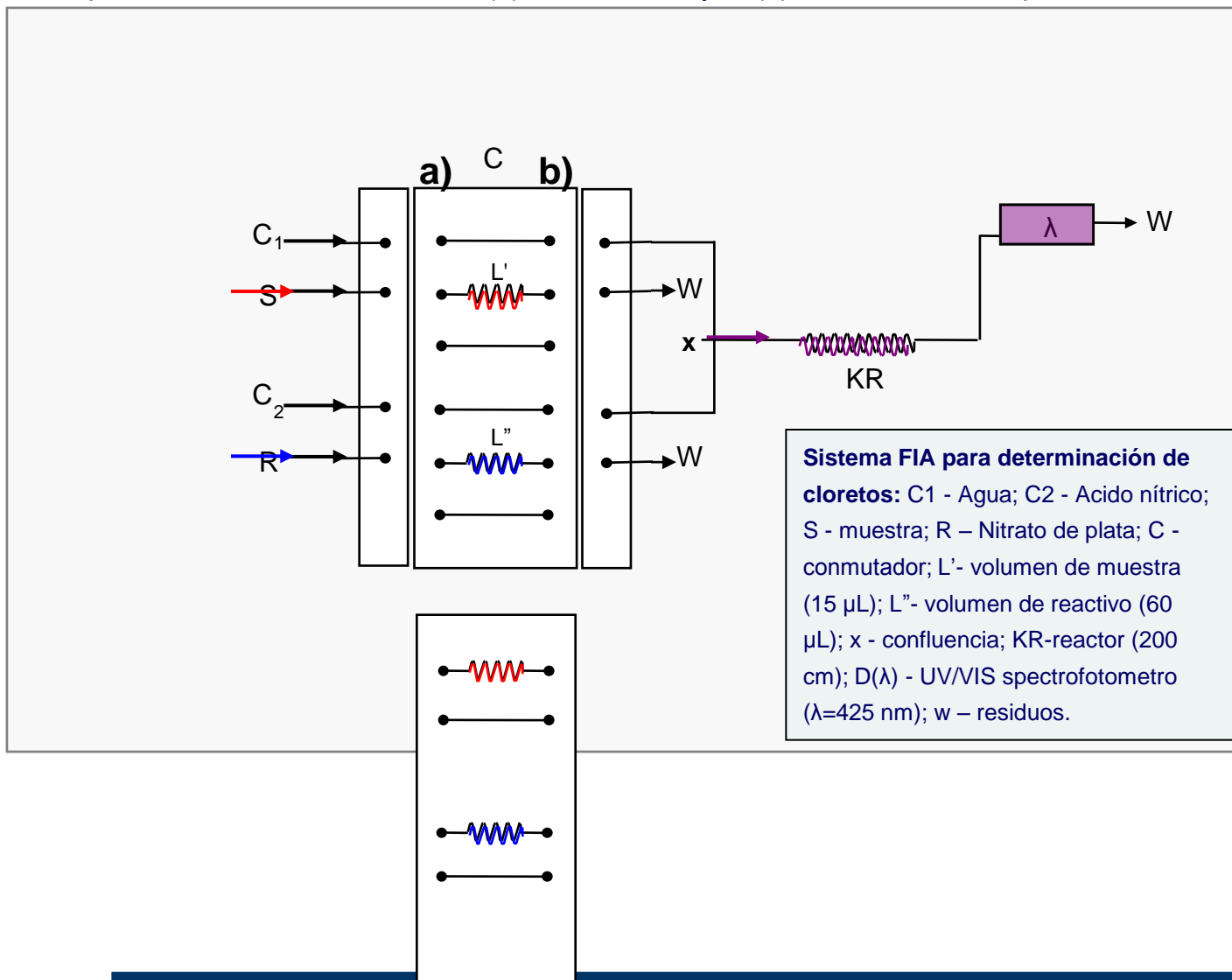
Sistema FIA – Determinación Turbidimetrica



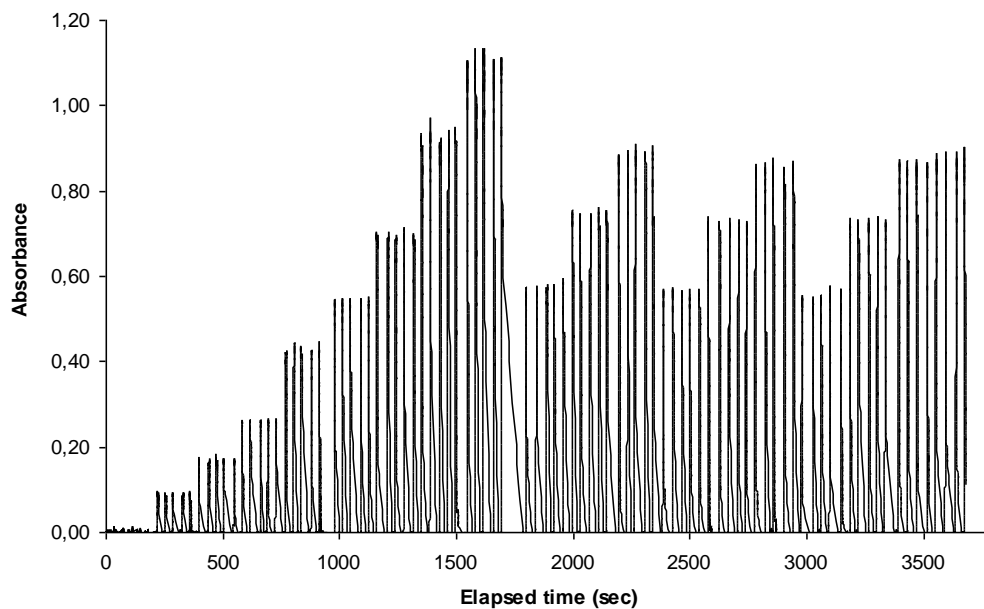
Elementos de un sistema FIA: BP - bomba peristáltica; T - tubos de propulsión; C - conmutador; S - volumen de muestra (15 μ L); R - volumen de reactivo (60 μ L); x - confluencia; KR-reactor (200 cm); F – Fuente de luz; P – cubeta de flujo; D(λ) - UV/VIS espectrofotómetro ($\lambda=425$ nm); FO – Fibra óptica; w – residuos.

Sistema FIA – Determinación Turbidimetrica

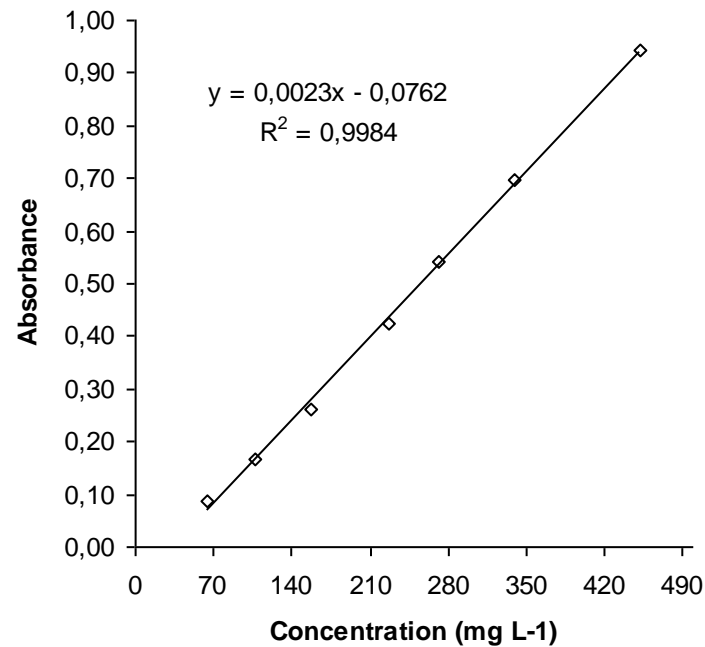
Sistema FIA para determinación de cloretos: (a) Llenado de L' y L'' (b) Envío de muestra para el detector



Sistema FIA – Determinación Turbidimetrica



Señal de un sistema de flujo (determinación turbidimetrica)

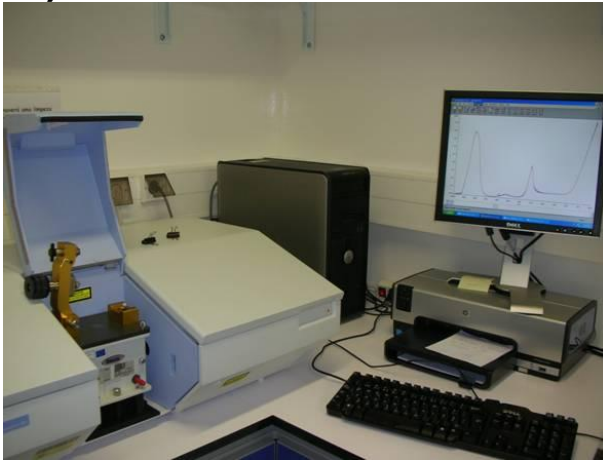


Curva de calibración con soluciones patrón de NaCl con concentraciones entre 0.05 – 0.6 g L⁻¹.

Determinación por IR-MID de cloretos en sal

- Equipos y accesorios: [Espectrometría de infrarrojo](#)
- Espectrometro IR-MID, con accesorio ATR Golden Gate (600 - 4000 cm^{-1}): 4 cm^{-1} y 32 scans
- Programa de adquisición: Spectrum v.5.3.1

a)



b)

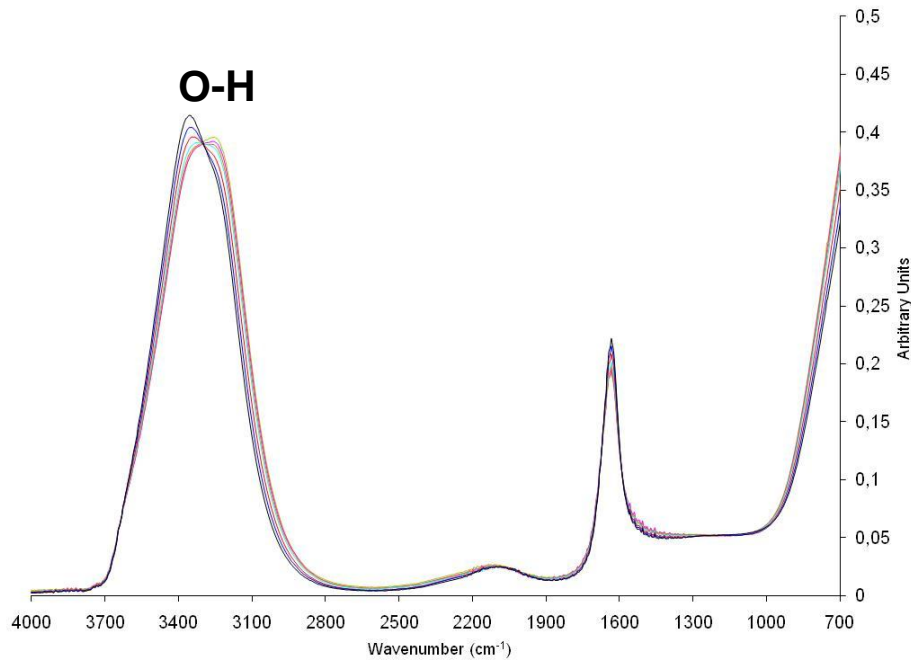


Sistema IR-MID integrado a un computador (a); ATR Golden-Gate (b)

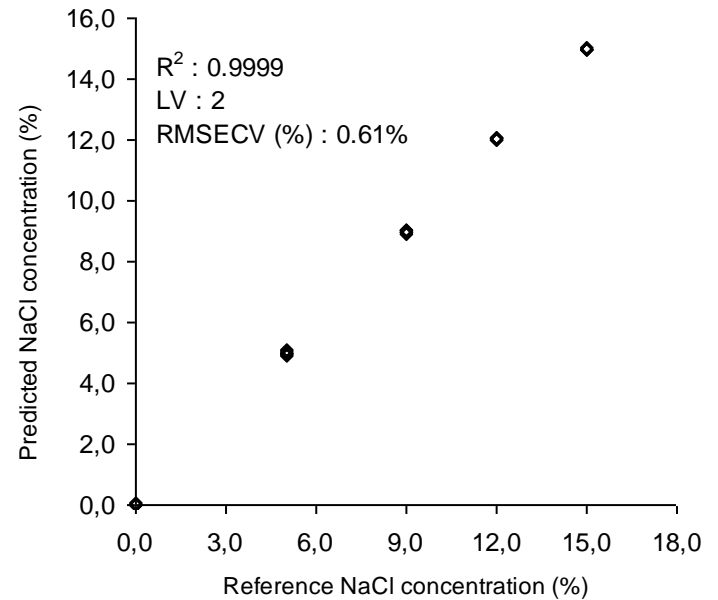
IR - MID / Quimiometria

Cloruro de sódio en sal

- ✓ Cambios: forma y posición O-H



Señal típica adquirida en un equipo de IR-MID



PLS1 obtenido a partir del análisis de los espectros de IR-MID

Resultados

Determinación de cloretos en muestras de sal por un sistema turbidimétrico en flujo (FIA), espectroscopia de infrarrojo (IR-MID) y método de referencia con valores de desviación relativa (RD).

Sample origin	Sample number	FIA \pm sd (% NaCl)	IR-MID \pm sd (% NaCl)	Ref. Method \pm sd (% NaCl)	RD (%) ^a	RD (%) ^b
Spain	1	97.5 \pm 0.2	95.9 \pm 0.05	97.4 \pm 0.4	0.03	-1.50
Aveiro, Portugal	2	93.3 \pm 0.9	85.8 \pm 0.04	94.7 \pm 0.8	-1.5	-9.4
Algarve, Portugal	3	96.1 \pm 0.9	91.3 \pm 0.05	96.3 \pm 0.2	-0.2	-5.2
Aveiro, Portugal	4	94.7 \pm 0.05	86.9 \pm 0.05	94.7 \pm 1.9	0.1	-8.2
France	5	95.2 \pm 1.1	92.8 \pm 0.04	96.9 \pm 0.5	-1.7	-4.2
Algarve, Portugal	6	99.6 \pm 1.4	101.0 \pm 0.01	95.2 \pm 0.2	4.6	6.2
Aveiro, Portugal	7	89.10 \pm 0.2	70.6 \pm 0.07	87.7 \pm 0.10	1.6	-19.5
Algarve, Portugal	8	98.1 \pm 0.1	88.5 \pm 0.03	96.3 \pm 0.1	1.9	-8.0
Algarve, Portugal	9	96.5 \pm 0.9	87.9 \pm 0.02	96.2 \pm 0.06	0.4	-8.5
Algarve, Portugal	10	93.8 \pm 0.3	86.4 \pm 0.05	96.3 \pm 0.02	-2.5	-10.2

^a Relative deviations of the FIA method compared with the reference method

^b Relative deviations of the FT-MIR method compared with the reference method

Resultados

Características analíticas del sistema turbidimétrico en flujo (FIA) y de espectroscopia por infrarrojo (IR-MID) para la determinación de cloruros en sal.

	FIA	FT-MID
LOD (g L⁻¹)	0.03	1.6
LOQ (g L⁻¹)	0.10	5.2
Working range (g L⁻¹)	0.1 – 0.6	50 – 150
Determination rate / h	40	20
Reagent consumption per assay		Not used
Silver Nitrate	0.006 g	
Polyvinyl alcohol	0.003 g	
Nitric acid	3.130 g	

LOD: limit of detection

LOQ: limit of quantification

Conclusiones

FIA Ventajas:

- 😊 Determinación de cloretos en una amplia gama de concentraciones
- 😊 Elevada frecuencia de análisis
- 😊 Bajo costo de implementación
- 😊 Interpretación simple de los resultados

Desventajas:

- 😞 Un montaje por parámetro
 - 😞 Gasto continuo de reactivos
-

Conclusiones

IR-MID ventajas:

- 😊 Determinación directa de la concentración de cloretos en la muestra
- 😊 Presinde del uso de reactivos
- 😊 Elimina la producción de residuos

Desventajas:

- 😞 Hace necesario el conocimiento de herramientas quimiometricas.

Finalizando:

Industria de
alimentos



Portátil, IR-
MID/ATR
(Bruker)

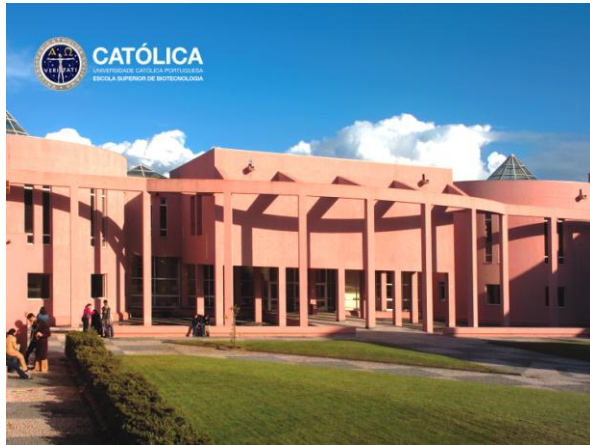
Inversión



Robot de
laboratorio

Agradecimientos

- Fundação para a Ciência e a Tecnologia (FCT), Portugal. Ref. SFRH/BPD/37890/2007
- Doctor António Barros (UA), Programa CATS, análisis de los espectros de IR-MID



**Ponte D. Luis, Porto
(Portugal)**