



Departamento de
Química Analítica
Universidad Zaragoza

EAA PARA LA DETERMINACIÓN ELEMENTAL EN TÉ INSTANTÁNEO

JORGE LECINA SAYAS

22 DE FEBRERO DE 2011

"Espectroscopía de absorción atómica para la determinación de elementos presentes en té instantáneos" es el proyecto que me ha otorgado el departamento de Química Analítica de la escuela de Ingeniería Técnica Industrial de Zaragoza. Ha sido dirigido por la Dra. Angélica Fernández Castel, a la que agradezco todo el tiempo que ha dedicado en facilitarme ayuda para la elaboración de este proyecto. Agradezco también a mi familia, especialmente a mis padres, mi hermano y mi novia, por todo el apoyo que han mostrado durante estos años. Sin ellos no hubiera llegado tan lejos. A todos ellos va dedicado este proyecto.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN.....	1
ORÍGEN DEL TÉ E HISTORIA	2
CLASIFICACIÓN BOTÁNICA.....	5
UTILIZACIÓN.....	11
PRODUCCIÓN MUNDIAL Y DISTRIBUCIÓN GEOGRÁFICA.....	12
ALMACENAMIENTO Y ENVASADO	14
CALIDAD	14
OBJETIVOS	16
EXPERIMENTAL.....	18
MÉTODO DE ANÁLISIS	19
RESULTADOS EXPERIMENTALES	32
Determinación de Cobre	32
Determinación de Níquel.....	38
Determinación de Magnesio	44
Determinación de Manganeseo	49
Determinación de Calcio	54
Determinación de Mg, Ca y Mn en disolución directa en agua	59
CONCLUSIONES	68
PARÁMETROS INSTRUMENTALES	69
PARÁMETROS ANALÍTICOS	69
COMPARACIÓN ENTRE DIFERENTES MARCAS COMERCIALES	70
BIBLIOGRAFÍA.....	80
PÁGINAS DE INTERNET Y LIBROS CONSULTADOS.....	81
ÍNDICE DE TABLAS	82
ÍNDICE DE FIGURAS	85

ACRÓNIMOS

OMS Organización Mundial de la Salud

UNE Unificación de Normas Españolas

EEA Espectroscopía de Emisión Atómica

EAA Espectroscopía de Absorción Atómica

INTRODUCCIÓN

ORÍGEN DEL TÉ E HISTORIA

RAÍCES ASIATICAS

El emperador chino Shen Nung era un hombre sabio y erudito. El insistía que toda el agua potable debía estar hervida por motivos de higiene. Un día, en el año 2737 A.C., el emperador y su corte se reclinaron debajo de un árbol solitario. Cuando sus hojas soplaron en el agua hirviendo que sus criados preparaban, el emperador sintió un aroma exquisito y de inmediato no resistió y probó aquel brebaje y lo encontró exquisito. Despues de este accidente ordenó que se llevaran a cabo enseguida extensas plantaciones del árbol de donde procedían aquellas hojas. Ésta era la planta silvestre del té.

PROCEDENCIA DEL TÉ EN EL MERCADO MUNDIAL

China: es la cuna del té. Proporciona una gran cantidad de variedades de tés. Las más conocidas son: Yunnan, uno de los tés chinos negros más fuertes; Keemun, de sabor delicado y fuerte aroma; Russian caravan, una mezcla de tés negros que consumían los comerciantes de las caravanas rusas; Lapsang souchong, de inconfundible sabor ahumado; Formosa oolong peach blossom, tienen un delicado sabor a frutas y en ocasiones se perfuman con jazmín, gardenia, etc.

India: es el mayor productor y exportador de té del mundo. Las zonas de más calidad son: Assam, Darjeeling y Nilgiri.

Ceylán: sus tés son de gran calidad. Son tés fuertes, pero de un sabor exquisito, ligeramente amargo.

Rusia: tiene mucho cuerpo y es perfumado.

Kenia: de fuerte sabor y tono rojizo.

Japón: produce casi exclusivamente té verde y exporta poco.

EL TÉ LLEGA A EUROPA

No se sabe a ciencia cierta si fueron los holandeses o los portugueses los que trajeron el primer té a Europa a principios del siglo XVII, ya que en aquella época ambas naciones mantenían relaciones comerciales con China; los portugueses desde una base en Macao, en el continente, y los holandeses desde la isla de Java. En un principio se comerciaba con sedas, brocados y especias, pero muy pronto el té se incluyó en los cargamentos. Los portugueses desembarcaron los tés de China en Lisboa y, desde allí, la Compañía Holandesa de las Indias Orientales transportaba los productos a Holanda, Francia y los puertos bálticos. Desde 1610 los holandeses traían sobre todo té de Japón. En Holanda la popularidad del té creció entre todas las clases sociales y las compañías holandesas reexportaban suministros a Italia, Francia, Alemania y Portugal. A finales del siglo XVII el café se había convertido en la bebida más popular en Alemania y en Francia, y el mercado del té sólo crecía en Rusia y en Inglaterra. El primer té que llegó a Rusia fue un regalo de los chinos al zar Alexis en 1618. Un acuerdo comercial firmado en 1689 marcó el inicio de un tráfico regular; caravanas de 200 a 300 camellos avanzaban hacia Usk Kayakhta, en la frontera, cargados con pieles que se troncaban por té. Cada camello transportaba cuatro cajas de té (unos 270 kg.), por lo que la vuelta a Moscú era lenta; así entre el cultivador chino y el consumidor ruso pasaban de 16 a 18 meses. En 1796, los rusos bebían en un año el té cargado por 6.000 camellos. Las caravanas existieron hasta la puesta en marcha del ferrocarril transiberiano en 1903, lo que permitió que los tés de China llegasen a Rusia en sólo una semana. Algunos británicos (realeza, aristócratas y comerciantes) ya habían oído hablar del té, o incluso tal vez ya lo habían probado mucho antes de la primera fecha documentada de su aparición en Londres en 1658. Thomas Garraway, un comerciante propietario de una tienda situada en la City de Londres, fue el primero en anunciar el nuevo producto de venta por subasta. Su anuncio publicado en la edición del 23 al 30 de septiembre de 1658 del periódico semanal londinense Mercurius Politicus reza: "La excelente bebida de China aprobada por todos los médicos y llamada Tcha por los chinos, Tay por otras naciones, o más conocida como té, de venta en Sultaness Head...". El destino del té en Gran Bretaña adoptó un giro afortunado en el año 1662, cuando el rey Carlos II se casó con la princesa portuguesa Catalina de Braganza. La nueva reina era una consumidora de té desde mucho antes de

llegar su boda y trajo con ella, como parte de su dote, una caja de té de China. Cada vez más personas deseaban probarla, pero dado su alto precio sólo podían permitírselo los ricos que querían estar a la moda. En 1706 Thomas Twining, fundador de la famosa compañía de té, abrió Tom's Coffee House. En 1717 el negocio se amplió y cambió su nombre por el de The Golden Lyon. Durante el siglo XVIII el té se convirtió en la bebida más popular de Gran Bretaña, llegando a substituir a la cerveza y a la ginebra. El alto precio del té hizo que automáticamente se extendiera la práctica de la adulteración. Al té negro se le añadía un triturado que estaba elaborado con hojas de fresno maceradas. El té verde se mezclaba con brotes de saúco. Se impusieron penalidades sobre dichas prácticas, pero no lograron poner fin a todo este negocio, ya que el té era vendido a granel por los establecimientos de comestibles. En 1826, John Horniman decidió actuar en beneficio del público y fundó un pequeño negocio en la isla de Wight donde puso té sin adulterar en paquetes de papel precintados con un peso neto garantizado. El público reaccionó con entusiasmo y el sistema se convirtió pronto en una práctica general.

[1]

EL TÉ Y SUS PROPIEDADES SALUDABLES

El té verde activa el cuerpo, alivia los dolores de cabeza y la pesadez, elimina las obstrucciones del bazo, depura los riñones, es beneficioso para los cálculos renales, facilita la respiración, protege de los sueños pesados, en los problemas digestivos y nerviosos, cura la falta de apetito alerta al cerebro, refuerza la memoria, alivia la fatiga, agranda al alma, fortalece la voluntad, mejora la visión.

Puede influir en la absorción del hierro por lo que se aconseja tomarlo con leche, pues esta neutraliza la acción de los taninos.

Debido a los polifenoles que posee, poderosos antioxidantes, se ha demostrado su efecto en la prevención y terapia de los diferentes tipos de cáncer.

El flúor del té puede ayudar a prevenir la parición de caries en la dentadura.

Ayuda cuando hay diarrea, gastroenteritis y hepatitis.

Si aplicamos bolsas de té frías sobre los ojos, éstos se desinflaman.

Previene enfermedades cardiacas, la hipertensión, o accidentes cerebrovasculares, es diurético, favorece la circulación y estimula el sistema defensivo o inmunológico, por eso influye mucho en combatir las alergias de cualquier índole.

Estimula la eliminación de grasas por lo que conviene para perder unos Kilos de más.

[2]

CLASIFICACIÓN BOTÁNICA

Por un lado, la planta del té es un arbusto. Por otra parte, el té como bebida es la infusión preparada con las hojas secas molidas o brotes del arbusto *Camellia sinensis* o *Camellia viridis* en agua caliente, que se usa como bebida estimulante estomacal o alimentario. El té puede también contener otras hierbas, especias o frutas usadas como saborizantes.

El arbusto tiene muchas ramificaciones, de entre 1 y 2 metros de altura, y puede alcanzar, aunque muy raramente, incluso los 12 metros. Las hojas son siempre verdes, lanceoladas hacia adelante e incluso del revés u oblongoovadas, de unos 4 cm de ancho y entre 3 y 12 cm de largo, sobre las que destaca una fuerte nerviación. Las flores están en grupos de 2 ó 3 o bien aisladas, de color blanco, inclinadas hacia abajo, y son aromáticas. Las flores de *Camellia japonica* son erguidas.

El arbusto ha crecido silvestre a lo largo de la historia, en Extremo Oriente, aunque hoy día se cultiva en muchos lugares aparte y, si se hace sobre terreno poco fértil, suele ser sobre una terraza. Se suele descogollar el centro y se poda para que no supere los 2 metros de altura, facilitando así la labor de recolección. A partir del tercer año, las hojas pueden cosecharse con rendimiento.

VARIEDADES DE TÉ

Té blanco - hojas jóvenes (brotes nuevos del arbusto) que no se han oxidado; los brotes pueden haber sido protegidos del sol para evitar la formación de clorofila.

Té verde - sin oxidación. Un favorito en Asia, es así denominado porque las hojas se secan y son fragmentadas rápidamente después de ser recogidas. El té hecho de estas hojas es templado y más fresco en el sabor que otros tipos de té. A causa de esto, el té verde generalmente no se sirve con leche ni azúcar. Algunos tipos de té verde son Gunpowder, Sencha, y Gyokuro, que es un té japonés también conocido como té de rocío de perla.

Kukicha o té de invierno - Hojas viejas tostadas sobre fuego. Popular como alimento macrobiótico en Japón.

Oolong ((Pequeño Dragón Negro), también llamado té azul, con un grado de oxidación media. El té del té oolong tiene características de los tés negros y de los tés verdes. Sus hojas son fermentadas cerca de la mitad del tiempo del empleado en el té negro. Mucha de la producción del mundo del té es de té oolong y proviene de la provincia de Fukien de China, donde se originó. El té de Formosa, denominado así por el nombre anterior de Taiwán, es considerado por muchos el tipo más fino de té oolong.

Té negro - oxidación sustancial. Realmente un té marrón, rojizo y oscuro cuando se hace, el té negro totalmente condimentado es popular en naciones occidentales. Es té muy procesado y más fuerte condimentado. Después de que las hojas se escogen, se fermentan en el sol abierto siendo secado antes. El tamaño de las hojas de té determina la graduación de té negro. Las variedades negras comunes del té incluyen Ceilán, Assam y Darjeeling, considerado por muchos el té negro más fino.

Pu-erh , también llamado té rojo - es una subclase del té negro de color rojizo, un producto inusual dado que suelen estacionarse por un período de hasta 50 años. Es considerado un producto medicinal en China.

Chong Cha - literalmente "té gusano", se prepara con las semillas en lugar de las hojas. Usado Como producto medicinal en China.

[3]

TIPOS DE TÉ

A partir de la misma materia prima: brotes y hojas de la especie *Camellia sinensis*, se obtienen diversos productos finales, según variedades botánicas, formas de cultivo, época y tipo de cosecha y el método de industrialización utilizado.

Los productos se pueden clasificar según color del material e infusión generada y según grado de fermentación. Existen cuatro tipos principales de té con múltiples variedades que dan lugar a más de 3000 tipos de té en todo el mundo (tabla 1).

Nombre	* Grado de fermentación	Características
Té Negro	Completa	Es el producto que presenta mayores propiedades aromáticas. Su alto contenido en flavonoides protege al sistema cardiovascular. Representa la mayoría de la producción nacional.
Té Rojo	Incompleta	Con 50-60% de fermentación se denomina Oolong, con 8 - 25 %, Pouchong. Se secan hojas y yemas. Se le aplica un tratamiento térmico para inactivar las enzimas y detener la fermentación en el momento adecuado y además quitar humedad para evitar la descomposición de las hojas. Presenta propiedades antioxidantes, efecto protector del sistema cardiovascular y se utiliza para el tratamiento de la obesidad. También se le atribuyen propiedades anticancerígenas. Prácticamente no se produce en Argentina. Tradicional en China, Japón y Taiwán.
Té Verde	Ausente	Se evita la acción enzimática de la fermentación mediante un escaldado. Presenta elevadas cantidades de antioxidantes, colabora con la nivelación de la insulina en sangre y con la disminución de la grasa corporal. Disminuye el nivel de triglicéridos y colesterol.
Té Blanco	Ausente	Se produce a partir de la recolección de las yemas nuevas antes que abran. Se dejan marchitar para que se evapore la humedad y se desecan. La principal propiedad es su elevado contenido en antioxidantes.

Tabla 1. Tipos de té.

COMPONENTES QUÍMICOS DEL TÉ

Tanto los brotes como las hojas de té presentan un complejo químico de enzimas, carbohidratos, proteínas y lípidos. Los brotes se distinguen por su marcado contenido en polifenoles (flavonoides, teaflavina, tearubigina) que integran entre un 15 y un 30% de la materia seca de los brotes de té, pudiendo variar su contenido según el material genético, ambiente, prácticas agronómicas, incidencia de plagas y enfermedades,

además de prácticas de industrialización y en xantinas (cafeína, teobromina y teofilina). La popularidad del té como bebida puede atribuirse a la presencia de estos dos grupos de compuestos, responsables del sabor único, sumado a los numerosos compuestos asociados al aroma del té. La composición química general de los brotes varían con condiciones agroclimáticas, fecha de cosecha, prácticas culturales y características genéticas de la planta.

Los mayores compuestos oxidables de las hojas son las catequinas, sustancias pertenecientes al grupo de los flavonoides. Las sustancias epigalato de catequina (EGC) y galato epigalocatequina (EGCG) son las catequinas predominantes y se encuentran localizadas en las vacuolas citoplasmáticas, jugando un rol fundamental durante el proceso la fermentación. Algunas propiedades de las catequinas son: reducción de los triglicéridos y colesterol en la sangre, prevención de la arterioesclerosis, refuerza las paredes de las venas, regula la presión sanguínea y previene las caries, limitando el desarrollo de las bacterias causantes de tal afección.

El té Negro también contiene minerales como calcio, fósforo, hierro, potasio, sodio y vitaminas A, B1, B2, Niacina y C (tabla 2).

Componente	Valor
Teaflavinas (%)	0,78
Tearubiginas (%)	8,02
Sustancias altamente polimerizadas (%)	11,19
Polifenoles totales %	20
Cafeína %	3,51
Aminoácidos %	1
Proteínas %	20,60
Lípidos %	2,50
Carbohidratos %	32,10
Humedad %	6
Calcio (mg/100 g)	470
Fósforo (mg/100 g)	320
Hierro (mg/100 g)	17,40
Sodio (mg/100 g)	3
Potasio (mg/100 g)	2.000
Vitamina A (U /100 g)	900
Vitamina B1 (mg/100 g)	0,10
Vitamina B2 (mg/100 g)	0,80
Niacina (mg/100 g)	10
Ácido gálico (%)	0,15
Epigalato de catequina (%)	0,57
(+) Catequina (%)	0,18
Epigalocatequina (%)	1,51
Galato de epigalocatequina (%)	2,86
Galato de epicatequina (%)	0,30

Fuente: Área Infusiones. Dirección de Industria Alimentaria, en base a UPASI Tea Research Foundation.

Tabla 2. Composición química del té negro.

Descripción de algunas sustancia químicas presentes en el té Negro:

Teaflavinas (TF): son sustancias rojas o naranjas que contribuyen considerablemente a la astringencia, la intensidad, el brillo y el color de la infusión de té. Las teaflavinas del té Negro comprenden varias fracciones (monogalato y digalato de teaflavina, epiteflavina e isotaeflavina)

Tearubiginas (TR): y sustancias altamente polimerizadas: son los productos de condensación completa de catequinas oxidadas con TF. Juntos con otras sustancias altamente polimerizadas, las TR contribuyen con el color, el sabor y el cuerpo de la infusión.

Cafeína: es una molécula relativamente estable y es un estimulante directo del sistema nervioso central. Junto con TF imparte fuerza al licor o infusión de té. Los altos niveles de cafeína indican un buen estándar de hoja. Los niveles de cafeína disminuyen con la madurez de los brotes.

Además de los componentes bioquímicos que dan al té su gusto único, el té Negro es también conocido por su aroma característico. Los componentes de sabor volátiles incluyen terpenoides y aminoácidos que se degradan para producir linalol, fenil acetaldehído, fenil etanol y metil salicilato que contribuyen al aroma deseable del té.

UTILIZACIÓN

El té es la bebida que más se toma en el mundo después del agua. Si bien el sector de mayor utilización es el agroalimentario, el té se ha abierto a nuevos mercados, principalmente en el área de las industrias farmacéutica y cosmética.

Industria agroalimentaria

Es el mercado tradicional del té. Se consume frío, caliente, en bolsitas (saquitos) o en hebras. Este tipo de consumo representa la mayor parte de las ventas de té en el mundo.

Té en saquitos: esta presentación, inventada por Thomas Sullivan en el año 1940, es la preferida en Occidente. Este modo de comercialización representa, según la

publicación de LMC International Ltd, Oxford, UK "Trade Opportunities in the World Beverages Sector", el 86,2% del mercado mundial occidental total.

Té en hebras: representa aproximadamente el 10% del total del consumo mundial occidental. Es el tipo de presentación preferido en Oriente, así como por los consumidores de todas partes del mundo con paladares más refinados.

Té instantáneo: esta presentación representa el 2-4% de la producción total, esta forma de consumo cuenta con una mínima proporción del mercado mundial. Se consume principalmente en Estados Unidos como polvo soluble en el agua fría, y en menor medida en el Reino Unido en forma de polvo soluble en agua caliente.

Refrescos: el té frío nació en Estados Unidos en 1904, durante una exposición internacional en Saint Louis. Representa hoy en día, un mercado de 11 mil millones de litros. No obstante, existe una gran heterogeneidad entre los países consumidores. En Estados Unidos, primer mercado para el té frío, representa el 80% del total del consumo de este producto.

PRODUCCIÓN MUNDIAL Y DISTRIBUCIÓN GEOGRÁFICA

La producción mundial total de té se ha ubicado entre 2,6 y 3,3 millones de toneladas anuales, durante el período comprendido entre los años 1995 y 2005, con un incremento del 22,1%. Se observó el menor registro en 1995 (2.621.082 tn) y el máximo en 2004, con 3.341.827 tn. Si bien durante el año 2005 el registro fue de 3.200.877 tn (4,2% menor que el año anterior) la evolución de este parámetro muestra tendencia positiva a lo largo del período (Figura 1).

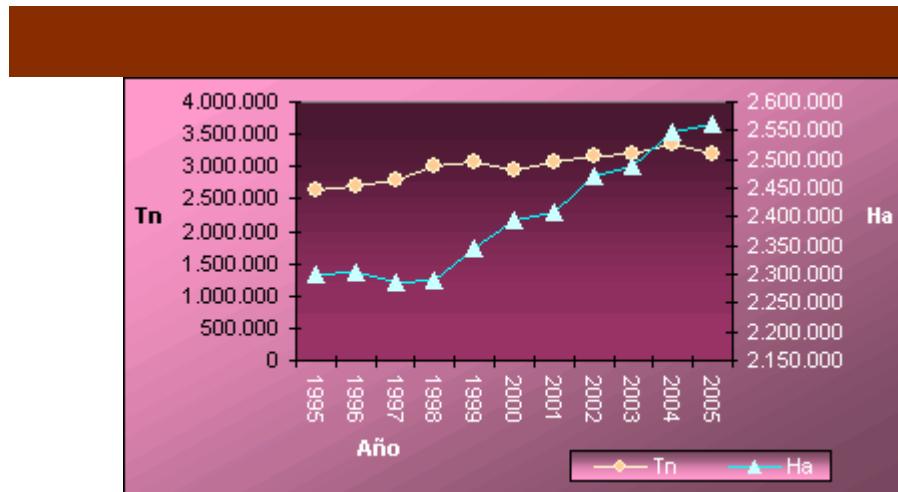


Figura 1. Evolución de la producción mundial de té

El cultivo del té se extiende por diversas áreas del mundo, presentando la particularidad de encontrarse plantaciones en los cinco continentes (figura 2). La variabilidad agroecológica de cada zona productora, permite obtener distintas materias primas, que originan productos con características particulares.

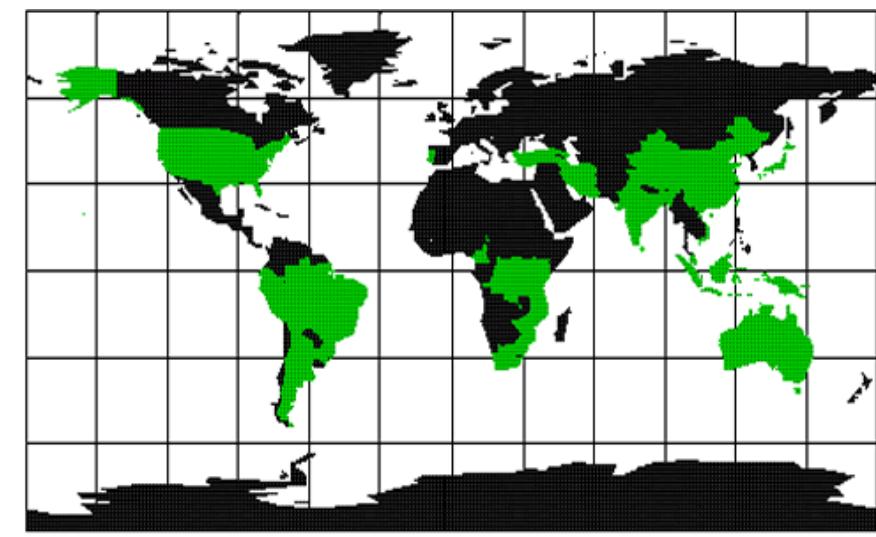


Figura 2. Distribución geográfica de los países productores de té

ALMACENAMIENTO Y ENVASADO

Todos los tipos de té absorben humedad y olores extraños con facilidad, por lo cual es esencial que los recintos de almacenamiento cumplan con ciertos requisitos para la buena conservación del producto. Deben ser frescos (entre 0 y 5°C para té Verde y Rojo, para evitar la acción de enzimas remanentes) y aislados de otras sustancias con olores y sabores fuertes, así como con reducida humedad y abrigados de la luz. La exposición a la luz disminuye y altera las características organolépticas del té, disminuyendo su calidad.

El proceso de envasado es importante para el té, ya que si los envases no son herméticos, el producto pierde su sabor y aroma. Hay diversos materiales adecuados (derivados plásticos en combinación con cartón, por ejemplo) siempre que resguarden al producto de la luz, humedad, aromas y sabores extraños.

CALIDAD

La calidad del té está determinada por la presencia o ausencia de compuestos químicos que imparten factores organolépticos como color, intensidad, brillo, aroma y sabor en la infusión. Respecto a este último factor, según especialistas, algunos de los parámetros considerados en la evaluación de una infusión de té son la astringencia y la amargura.

La mayoría de las sustancias químicas que imparten la calidad son producidas durante el procesamiento de las hojas de té. La biogénesis de tales precursores es influenciada, por un lado por los factores exógenos y genéticos que no pueden ser controlados y por otro, por los controlables, como las prácticas culturales adoptadas en el campo así como las condiciones de tratamiento industrial. Aunque los cambios bioquímicos comienzan inmediatamente después de la recolección o cosecha de los brotes y hojas, los cambios requeridos para obtener un producto de calidad comienzan durante el proceso de marchitamiento.

Grados de calidad del té

De acuerdo al tamaño de hoja y procesos de industrialización, el té Negro presenta diversas calificaciones. Los grandes grupos se dividen en hojas enteras, cortadas y trituradas, para el proceso ortodoxo, y hojas quebradas y machacadas, para el proceso CTC.

Los otros tipos de té (Verde, Blanco y Rojo) no presentan una clasificación internacional como la del té Negro.

[4]

OBJETIVOS

El objetivo del presente proyecto es la determinación elemental en el té mediante espectroscopía de absorción atómica con llama.

Se prepararán diferentes muestras llevando a cabo una digestión con ácido nítrico y tratamiento térmico, realizando muestras duplicadas y adicionando a algunas de ellas previamente concentraciones conocidas de varios elementos, para estudiar la recuperación.

Se disolverán las muestras directamente en agua destilada, para determinar en las mismas la concentración elemental.

Se realizará una comparación de los resultados obtenidos y entre las diferentes marcas comerciales.

EXPERIMENTAL

MÉTODO DE ANÁLISIS

ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

La espectroscopía de absorción atómica (a menudo llamada AAS) es un método instrumental de la química analítica que determina una gran variedad de elementos como analitos en estado fundamental.

Aunque la espectrometría de absorción atómica data del siglo XIX, la forma moderna fue desarrollada en gran medida durante la década de los 50 por un equipo de químicos de Australia, dirigidos por Alan Walsh.

Descripción

La espectrometría atómica es un método instrumental que se basa en la absorción, emisión y fluorescencia de radiación electromagnética por partículas atómicas. Se emplean principalmente radiaciones del espectro ultravioleta (UV) y visible y Rayos X.

La espectrometría de absorción atómica consiste en la medición de las especies atómicas por su absorción a una longitud de onda particular. La especie atómica se logra por atomización de la muestra. La técnica de atomización más usada en la absorción es la llama, se nebuliza la muestra y luego se disemina en forma de aerosol dentro de una llama de aire de acetileno u óxido nitroso-acetileno.

Usos y aplicaciones de la espectrometría de absorción atómica

La absorción atómica es una técnica capaz de detectar y determinar cuantitativamente la mayoría de los elementos químicos, por lo que sus campos de aplicación son variados. Este método se puede aplicar para la determinación de ciertos metales tales como: antimonio, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, oro, plomo, níquel, entre otros. Se emplea en análisis de agua, de suelos, bioquímica, toxicología, medicina, industria farmacéutica, alimenticia, petroquímica, etc.

El instrumental empleado en estos análisis es un espectrómetro de absorción atómica. Este equipo generalmente está compuesto por una lámpara del tipo cátodo hueco, un quemador o mechero, compuesto a su vez por un nebulizador de la muestra, y dispositivos de selección de longitudes de onda (monocromador tipo rejilla de difracción), transducción y amplificación (tubo fotomultiplicador) y lectura de la señal.

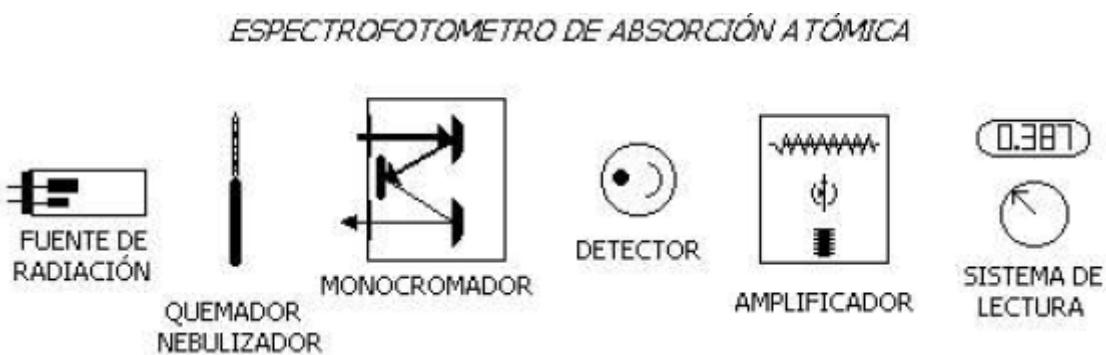


Figura 3. Representación de los componentes instrumentales del EAA.

El método está basado en la atomización del analito en matriz líquida y que utiliza comúnmente un nebulizador pre-quemador (o cámara de nebulizador) para crear una niebla de la muestra y un quemador con forma de ranura que da una llama con una longitud de trayecto más larga. La niebla atómica es desolvatada y expuesta a una energía a una determinada longitud de onda emitida ya sea por una lámpara de cátodo hueco construida por el mismo analito a determinar o una lámpara de descarga sin electrodos (EDL). Normalmente las curvas de calibración no cumplen la ley de Beer-Lambert en su estricto rigor.

La temperatura de la llama es lo bastante baja para que la llama de por sí no excite los átomos de la muestra de su estado fundamental. El nebulizador y la llama se usan para desolvatar y atomizar la muestra, pero la excitación de los átomos de analito es hecha por el uso de lámparas que emiten una radiación a diversas longitudes de onda para cada tipo de analito.

En AAS la cantidad de la luz absorbida después de pasar a través de la llama determina la cantidad de analito existente en la muestra.

Instrumentación

Para analizar los constituyentes atómicos de una muestra es necesario atomizarla. La muestra debe ser iluminada por la radiación. Finalmente, la radiación es transmitida y medida por un detector. Con el fin de reducir el efecto de emisión del atomizador (por ejemplo, la radiación de cuerpo negro) o del ambiente, normalmente se usa un cortador entre el atomizador y el detector.

Tipos de atomizadores

Para atomizar la muestra normalmente se usa una llama, pero también pueden usarse otros atomizadores como el horno de grafito o los plasmas, principalmente los plasmas de acoplamiento inductivo.

Cuando se usa una llama, se dispone de tal modo que pase a lo largo lateralmente (10 cm) y no en profundidad. La temperatura de la llama sobre la cabeza del quemador se puede controlar mediante el flujo de mezcla de combustible. Un haz de radiación pasa a través de esta llama en el lado más largo del eje (el eje lateral) e impacta en un detector.

Análisis de los líquidos

Una muestra de líquido normalmente se convierte en gas atómico en tres pasos:

- 1. Desolvatación.** El líquido disolvente se evapora, y la muestra permanece seca.
- 2. Vaporización.** La muestra sólida se evapora a gas.
- 3. Atomización.** Los compuestos que componen la muestra se dividen en átomos libres.

Fuentes de radiación

La fuente de radiación elegida tiene una anchura espectral más estrecha que la de las transiciones atómicas.

* **Lámparas de cátodo hueco.** En su modo de funcionamiento convencional, la radiación es producida por una lámpara de cátodo hueco. En el interior de la lámpara hay un cátodo cilíndrico de metal que contiene el metal de excitación, y un ánodo. Cuando un alto voltaje se aplica a través del ánodo y el cátodo, los átomos de metal en el cátodo se excitan y producen radiación con una determinada longitud de onda. La lámpara depende del metal que se analiza.

Para la determinación de los elementos mayoritarios del té se utiliza el espectrofotómetro de emisión-absorción atómica Perkin-Elmer 2280 y distintas lámparas características para cada elemento a determinar.

Los parámetros optimizados en el espectrofotómetro antes de llevar a cabo un análisis son:

- **Caudal de aire (oxidante)**
- **Caudal de acetileno (combustible)**
- **Altura del mechero**
- **Profundidad del mechero**
- **Intensidad de la lámpara**

Con el manual del espectrofotómetro Perkin-Elmer obtenemos los datos:

- **Anchura de la rendija**
- **Longitud de onda**

Interferencias

Se producen cuando la absorción o emisión de una especie interferente se solapa o aparece muy próxima a la absorción o emisión del analito, de modo que su resolución por el monocromador resulte imposible. Las interferencias químicas se producen como consecuencia de diversos procesos químicos que ocurren durante la atomización que alteran las características de absorción del analito. Dado que las líneas de emisión de las fuentes de cátodo hueco son muy estrechas es rara la interferencia

debida a la superposición de las líneas, para que exista esta interferencia la separación entre las dos líneas tiene que ser menor a 0,1 Å. Algunos instrumentos poseen slit (rendija) y monocromadores muy finos que pueden discernir en 0,1 nm de diferencia. Algunas matrices presentan señal de ruido que se elimina con el corrector de background del instrumento permitiendo resultados reproducibles.

Formación de compuestos poco volátiles

El tipo más común de interferencia es el producido por aniones que forman compuestos de baja volatilidad con analito y reducen así su velocidad de atomización lo que origina resultados menores a los esperados.

[5]

INSTRUMENTACIÓN Y REACTIVOS**MATERIAL UTILIZADO**

- Matraces aforados de 5, 10, 25, 50, 100, 250 y 1000 mL
- Vasos de precipitados
- Varilla
- Vidrios de reloj
- Cuentagotas
- Micropipetas de 0,5-10, 10-100 y 100-1000 μ L



Figura 4. Micropipeta.

- Pipetas de 1, 2, 3, 4, 5 y 25 mL
- Pipeteadores
- Viales de diferentes capacidades
- Probetas de 25, 50 y 100 mL
- Lámparas de cátodo hueco: Calcio, Magnesio y Sodio-Potasio

REACTIVOS

- HNO_3 concentrado: 69% en volumen. Marca comercial Prolabo.
Calidad de análisis. Según Norma ISO/ACS.
- HCl Concentrado: 37% en volumen. Marca comercial Prolabo.
Calidad de análisis. Según norma ISO.

DISOLUCIONES DE REACTIVOS

- Disolución patrón de Na^+ , de concentración 1000 mg/L.

Preparación: 2,5441 g de sal de NaCl (pesados en balanza analítica), se llevan a disolución añadiendo agua destilada hasta un volumen de 1000 mL.

- Disolución patrón de K^+ , de concentración 70000 mg/L.

Preparación: 33,3726 g de sal KCl desecada (pesados en balanza analítica), Se llevan a disolución añadiendo agua destilada hasta un volumen de 250 mL.

- Disolución patrón de Mg^{2+} , de concentración 7000 mg/L.

Preparación: 1,750 g de Mg metálico en polvo (pesados en balanza analítica), se disuelve en ácido clorhídrico, y por ultimo se pasa a un matraz de 250 mL y se enrasa.

Disoluciones comerciales de 1000 mg/L (Ca, Mg, Mn, Fe, Zn).

INSTRUMENTOS

Para la realización de los análisis se ha utilizado el espectrofotómetro de emisión-absorción atómica Perkin-Elmer 2280 y distintas lámparas de cátodo hueco específicas para cada metal.

Para poder llevar a cabo el análisis se ajustan los parámetros (caudales de combustible y oxidante, longitud de la onda, posición de la llama y de la lámpara, anchura de rendija) para conseguir una alta ganancia. Una vez que se optimizan estos parámetros, se regula el cero de absorbancia realizando una medida para la disolución en blanco.

[6]



Figura 5. Espectrofotómetro de emisión-absorción atómica Perkin-Elmer 2280.

Placa Calefactora

Marca: STUART

Modelo: CB162



Figura 6. Placa calefactora

Balanza Analítica

Marca: Mettler

Modelo: AJ100



Figura 7. Balanza analítica.

PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS***Digestión con ácidos***

Se pesan 6 gramos de té instantáneo de cada muestra en la balanza analítica, en un vidrio de reloj. A continuación se añaden 100 mL de HNO_3 del 69% en volumen. Se remueve con una varilla y se calienta en una placa calefactora hasta conseguir casi sequedad. La temperatura se debe aumentar gradualmente, y llegar a un valor de 150-200 °C aproximadamente. El proceso de evaporación es necesario que se realice en una campana extractora para que eliminen los vapores producidos, ya que entre estos vapores están los óxidos de nitrógeno, gases nocivos para la salud. Las sustancias orgánicas se queman en presencia de oxígeno del aire para dar CO_2 y los óxidos de nitrógeno mencionados anteriormente. Cuando se llega a este punto se comprueba que no ha quedado sólido sin disolver. Si esto se cumple se añaden 5 mL más de HNO_3 con una pipeta y se lleva a un matraz aforado de 50mL. Por último se enrasa con agua destilada.

Así se obtendrá, una disolución de alrededor de 6 g de té instantáneo digerido con HNO_3 al 69%.

A algunas muestras se le han realizado adiciones de Ni y Cu partiendo de disoluciones comerciales de 1000 mg/L.

En la siguiente tabla se detallan las muestras de té analizadas así como su masa exacta.

Muestra	Marca y características	Cantidad pesada	Adición de 100µL Cu	Adición 50µL Ni
1	Té Whittard of Chelsea	6,0141g		
	Té Whittard of Chelsea			
2	duplicado	6,0002g		
	Té Whittard of Chelsea			
3	con 50 µL Ni	6,0016g		SI
4	Té al limón Milford	6,0111g		
	Té al limón duplicado			
5	Milford	6,0035g		
	Té al limón Milford con adición			
6	de 100µL Cu y 50µL Ni	4,4551g	SI	SI
7	Té al limón Krüger	6,0039g		
	Té al limón Krüger			
8	duplicado	6,0015g		
	Té al limón Krüger con adición			
9	de 100 µL Cu	6,0062g	SI	
10	Té verde Compañía de las indias	6,0017g		
	Té verde duplicado			
11	Compañía de las indias	6,0001g		
	Té verde Compañía de las indias			
12	con adición de 50µL Ni	5,8351g		SI
	Té rojo Compañía de las			
13	indias	5,9988g		
	Té rojo duplicado			
	Compañía			
14	de las indias	6,0038g		
	Té rojo Compañía de las indias con adición de			
15	100 µL de Cu	6,0025g	SI	

Tabla 3. Muestras preparadas por digestión.

Muestras preparadas por disolución en agua.

Se pesan 6 gramos de té instantáneo de cada muestra en la balanza analítica, en un vidrio de reloj, y se disuelve con agua destilada. Se realizan varias replicas de cada muestra y se llevan a distintos volúmenes.

En la siguiente tabla se detallan las muestras de té para cada volumen correspondiente, así como su masa exacta:

Muestra	Marca y características	Cantidad pesada (g)	Volumen de agua (mL)
1	Té al Limón Milford	6,0098	50
2	Té al Limón Krüger	6,0525	50
3	Té rojo Compañía de las indias	6,0100	200
		6,0057	100
4	Té verde Compañía de las indias	6,0150	50
5	Té Whittard of Chelsea	6,0992	50

Tabla 4. Muestras preparadas por disolución directa en agua.

ESTUDIO DE RECUPERACIÓN

En algunas muestras se realiza un estudio de recuperación. En ellas se adiciona 100 µg de Cu, 50 µg de Ni o ambos a la misma muestra. Las muestras en las que se realiza la adición son las siguientes:

MUESTRA	ANALITO	microgramos
Té Whittard of Chelsea	Níquel	50
Té al limón Milford	Cobre y Níquel	100 de Cu y 50 de Ni
Té al limón Krüger	Cobre	100
Té verde Compañía de las indias	Níquel	50 de Ni
Té rojo Compañía de las indias	Cobre	100

Tabla 5. Tabla resumen de las adiciones de cada elemento para el estudio de recuperación

Las adiciones se realizan antes de preparar las muestras.

RESULTADOS EXPERIMENTALES

DETERMINACIÓN DE COBRE

Preparación de la recta de calibrado

Se parte de una disolución comercial de 1000 mg/L. A partir de esta disolución se tiene que obtener una disolución 10 veces más diluida (100 mg/L). Para ello se añaden 10 mL de la disolución comercial en un matraz de 100 mL y se enrasa.

Para preparar la recta de calibrado se necesitan:

6 matraces aforados de 50 mL.

A cada uno de estos matraces habrá que añadir lo siguiente para reproducir el entorno del analito en la muestra:

- 7mL de la disolución de 1000 mg/L de Na^+
- 10 mL de la disolución de 70000 mg/L de K^+
- 10 mL de la disolución 7000 mg/L de Mg^{2+}
- 13 mL de la disolución 1000 mg/L de Ca^{2+}
- 10 mL de HNO_3 al 69%

A cada uno de los matraces se añadirán 1, 2, 3, 4 y 5 mL de la disolución de Cu^{2+} excepto a uno de ellos que será el blanco.

[6]

Parámetros instrumentales optimizados

Longitud de onda (λ)	324,8 nm
Caudal de aire	25-30 u.a.
Caudal de acetileno	5 u.a.
Altura del mechero	7-8 u.a.
Profundidad del mechero	9 u.a.
Anchura de la rendija	0,7 nm
Intensidad de la lámpara	10 mA

Tabla 6. Parámetros instrumentales optimizados para la determinación de cobre.

Representación de la recta de calibrado

Concentración (mg/L)	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar
0,1	0,027	1,69	0,0005
0,2	0,050	0,41	0,0002
0,3	0,077	0,90	0,0007
0,4	0,100	0,23	0,0002
0,5	0,127	0,29	0,0004

Tabla 7. Datos de la recta de calibrado para la determinación de cobre.

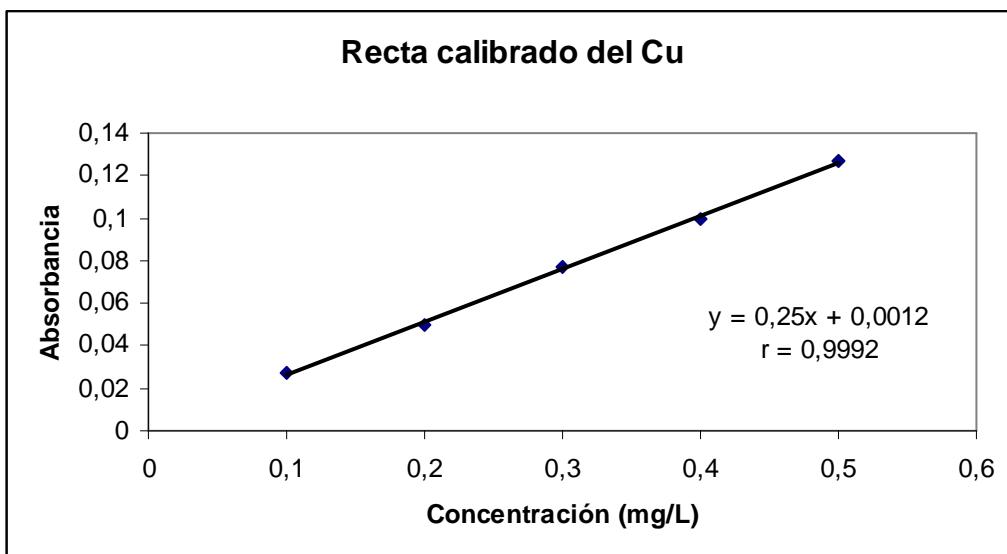


Figura 8. Recta de calibrado para la determinación de cobre.

Límite de detección

Desviación estándar del blanco = 0,0006 (realizando 10 lecturas)

Límite de detección = $(3 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Sensibilidad = pendiente de la recta de calibrado

Límite de detección = $(3 \times 0,0006) / 0,0252 = 0,0829 \text{ mg/L}$

Límite de cuantificación

Límite de cuantificación = $(10 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Límite de cuantificación = $(10 \times 0,0006) / 0,0252 = 0,2381 \text{ mg/L}$

Contenido de cobre en las muestras

Una vez que se obtiene la recta de calibrado, se analizan las muestras preparadas por digestión y se observan los valores de absorbancia de cada una de ellas.

Para calcular la concentración de cobre en cada muestra, se sustituye el valor de la absorbancia obtenido en cada muestra en la recta de calibrado.

$$y = ax + b$$

"y" es la absorbancia

"x" es la concentración en mg/L

"a" es la pendiente de la recta

En la siguiente tabla aparecen los resultados obtenidos:

Muestra	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar	Concentración de Cu (mg/L)
Té 2 Krüger al limón	0,0040	21,09	0,0007	0,1581
Té Krüger Limón 100µL Cu	0,0220	4,64	0,0010	0,8724
Té 2 Kruger duplicado	-	-	-	-
Té Whittard of Chelsea	-	-	-	-
Té Whittard duplicado	-	-	-	-
Té Whittard con 50µL Ni	-	-	-	-
Té rojo Compañía de las indias	0,0070	6,27	0,0004	0,2772
Té rojo Compañía de las indias duplicado	-	-	-	-
Té rojo Compañía de las indias con 100µL Cu	0,0230	4,57	0,0011	0,9121
Té verde Compañía de las indias	0,0040	24,18	0,0010	0,1581
Té verde Compañía de las indias duplicado	-	-	-	-
Té verde Compañía de las indias	-	-	-	-
Compañía de las indias con 50µL Ni y 100 µL Cu	0,0023	7,67	0,0017	0,0907
Té al limón Milford	-	-	-	-
Té al limón Milford duplicado	-	-	-	-
Té al limón Milford con Ni y Cu	-	-	-	-

Tabla 8. Resultados de la determinación de cobre.

Después de tener las concentraciones de cobre, posteriormente se calculará la concentración de cobre en los 50 mL de cada muestra. Y por ultimo se calcularán los miligramos de cobre en los 100 gramos de té.

En la siguiente tabla se encuentran los resultados obtenidos:

Muestra	Concentración de Cu (mg/l)	mg Cu en 50 mL	Mg Cu/100g té
Té 2 Krüger al limón	0,1581	0,007900	0,1318
Té Krüger Limón 100µL Cu	0,8724	0,04360	0,7267
Té 2 Krüger duplicado	-	-	-
Té Whittard of Chelsea	-	-	-
Té Whittard duplicado	-	-	-
Té Whittard con 50µL Ni	-	-	-
Té rojo Compañía de las indias	0,2772	0,01390	0,2317
Té rojo Compañía de las indias duplicado	-	-	-
Té rojo Compañía de las indias con 100µL Cu	0,9121	0,04560	0,7600
Té verde Compañía de las indias	0,1581	0,007900	0,1318
Té verde Compañía de las indias duplicado	-	-	-
Té verde Compañía de las indias con 50µL Ni	0,09070	0,004500	0,07500
Té al limón Milford	-	-	-
Té al limón Milford duplicado	-	-	-
Té al limón Milford con Cu	-	-	-

Tabla 9. Resultados de la determinación de cobre.

Como se puede observar, la señal de algunas muestras están por debajo del límite de detección y casi ninguna sobrepasan el límite de cuantificación. Los datos señalados en rojo son inferiores al límite de cuantificación.

Estudio de recuperación

En la siguiente tabla se muestran los resultados del estudio de recuperación de aquellas muestras que contienen una adición de 100 μL de una disolución comercial de cobre, es decir, 0,1 mg de Cu en 25 mL.

Muestra	mg/100 g		% Recuperación
	Medido	Adicionado	
Té rojo Compañía de las indias	0,7600	1,665	45,65
Té al Limón Krüger	0,7267	1,665	43,46
Té al Limón Milford	-	2,245	-100,0

Tabla 10. Resultados del estudio de recuperación de cobre.

DETERMINACIÓN DE NIQUEL

Preparación de la recta de calibrado

Se parte de una disolución comercial de 1000 mg/L de Ni^{2+} comercial. A partir de esta disolución se tiene que obtener una disolución 10 veces más diluida (100 mg/L). Para ello se añaden 10 mL de la disolución comercial en un matraz de 100 mL y se enrasa.

La preparación es la misma que en el apartado anterior.

A cada uno de los matraces se añadirán 3, 5, 10, 15 y 20 mL de la disolución de Ni^{2+} preparada excepto a uno de ellos que será el blanco.

Parámetros instrumentales optimizados

Longitud de onda (λ)	232 nm
Caudal de aire	40 u.a.
Caudal de acetileno	15 u.a.
Altura del mechero	6-7 u.a.
Profundidad del mechero	8 u.a.
Anchura de la rendija	0,2 nm
Intensidad de la lámpara	10 mA

Tabla 11. Parámetros instrumentales optimizados para la determinación de níquel.

Representación de la recta de calibrado

Concentración (mg/L)	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar
0,3	0,003	10,20	0,0003
0,5	0,005	5,31	0,0003
1,0	0,012	2,95	0,0003
1,5	0,016	1,95	0,0003
2,0	0,021	1,35	0,0003

Tabla 12. Datos de la recta de calibrado para la determinación de níquel.

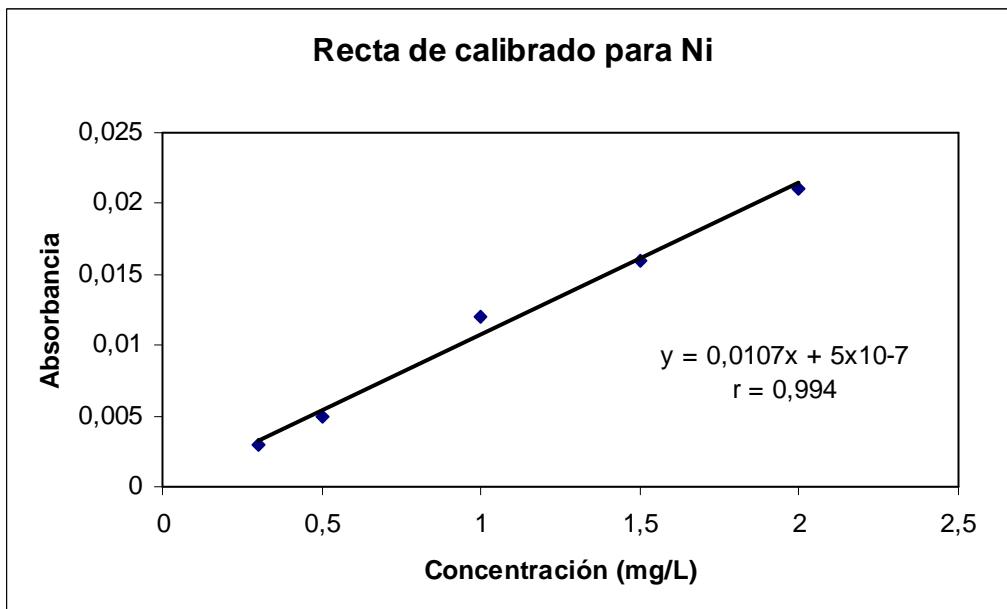


Figura 9. Recta de calibrado de níquel.

Límite de detección

Desviación estándar del blanco = 0,0004 (realizando 10 lecturas)

Límite de detección = $(3 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Sensibilidad = pendiente de la recta de calibrado

Límite de detección = $(3 \times 0,0004) / 0,0107 = 0,1121 \text{ mg/L}$

Límite de cuantificación

Límite de cuantificación = $(10 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Límite de cuantificación = $(10 \times 0,0004) / 0,0107 = 0,3738 \text{ mg/L}$

Contenido de Níquel en las muestras

Una vez que se obtiene la recta de calibrado, se analizan las muestras preparadas por digestión y se observan los valores de absorbancia de cada una de ellas.

En la siguiente tabla aparecen los resultados obtenidos:

Muestra	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar	Concentración (mg/L)
Té 2 Krüger al limón	-	-	-	-
Té Krüger Limón 100µL Cu	-	-	-	-
Té 2 Krüger duplicado	-	-	-	-
Té Whittard of Chelsea	-	-	-	-
Té Whittard duplicado	-	-	-	-
Té Whittard con 50µL Ni	0,009	2,28	0,0002	0,8411
Té rojo Compañía de las indias	-	-	-	-
Té rojo Compañía de las indias duplicado	-	-	-	-
Té rojo Compañía de las indias 100µL con Cu	-	-	-	-
Té verde Compañía de las indias	-	-	-	-
Té verde Compañía de las indias duplicado	-	-	-	-
Té verde Compañía de las indias con 50µL Ni	0,007	5,84	0,0004	0,6542
Té al limón Milford	-	-	-	-
Té al limón Milford duplicado	-	-	-	-
Té al limón Milford con Cu y Ni	0,008	4,70	0,0004	0,7477

Tabla 13. Resultados de la determinación de níquel.

Después de tener las concentraciones de níquel, posteriormente se calculará la concentración de níquel en los 50 mL de cada muestra. Y por ultimo se calcularán los miligramos de níquel en los 100 gramos de té.

En la siguiente tabla se encuentran los resultados obtenidos:

Muestra	Concentración (mg/L)	mg de Ni en 50 mL	mg Ni/100 g té
Té 2 Krüger al limón	-	-	-
Té Krüger Limón 100µL Cu	-	-	-
Té 2 Kruger duplicado	-	-	-
Té Whittard of Chelsea	-	-	-
Té Whittard duplicado	-	-	-
Té Whittard con 50µL Ni	0,8411	0,04205	0,7009
Té rojo Compañía de las indias	-	-	-
Té rojo Compañía de las indias duplicado	-	-	-
Té rojo Compañía de las indias con 100µL Cu	-	-	-
Té verde Compañía de las indias	-	-	-
Té verde Compañía de las indias duplicado	-	-	-
Té verde Compañía de las indias con 50µL Ni	0,6542	0,03272	0,5451
Té al limón Milford	-	-	-
Té al limón Milford duplicado	-	-	-
Té al limón Milford con Cu y Ni	0,7476	0,03738	0,6231

Tabla 14. Resultados de la determinación de níquel.

Como se puede observar, la mayoría de las muestras están por debajo del límite de detección y cuantificación, excepto en las muestras que se ha añadido níquel.

Estudio de recuperación

En la siguiente tabla se muestran los resultados del estudio de recuperación de aquellas muestras que contienen una adición de 50 μL de una disolución comercial de níquel, es decir, 0,05 mg de Ni en 50 mL.

Muestra	mg/100 g		% Recuperación
	Medido	Adicionado	
Té verde Compañía de las Indias	0,5451	0,8569	63,61
Té al limón Milford	0,6231	1,122	55,52
Té Whittard of Chelsea	0,7009	0,8331	84,13

Tabla 15. Resultados del estudio de recuperación de níquel.

En los siguientes elementos analizados no se ha realizado un estudio de recuperación y por lo tanto no se ha adicionado a las muestras otros elementos como manganeso, calcio y Magnesio, esto se debe a que en un principio no se iban a estudiar, pero como se obtuvieron numerosos valores por debajo del límite de detección, se amplió posteriormente a los elementos mencionados.

DETERMINACIÓN DE MAGNESIO

Preparación de la recta de calibrado

Se parte de una disolución comercial de 1000 mg/L de Mg^{2+} comercial. A partir de esta disolución se tiene que obtener una disolución 10 veces más diluida (100 mg/L). Para ello se añaden 10 mL de la disolución comercial en un matraz de 100 mL y se enrasa.

La preparación es la misma que en el apartado anterior.

A cada uno de los matraces se añadirán 3, 5, 8 y 10 mL de la disolución de Mg^{2+} preparada excepto a uno de ellos que será el blanco.

Parámetros instrumentales optimizados

Longitud de onda (λ)	201,5 nm
Caudal de aire	35 u.a.
Caudal de acetileno	20 u.a.
Altura del mechero	6 u.a.
Profundidad del mechero	8-9 u.a.
Anchura de la rendija	0,7 nm
Intensidad de la lámpara	28 mA

Tabla 16. Parámetros instrumentales optimizados para la determinación de magnesio.

Representación de la recta de calibrado

Concentración (mg/L)	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar
0,3	0,043	2,57	0,0011
0,5	0,059	1,21	0,0007
0,8	0,096	1,27	0,0012
1,0	0,119	0,51	0,0006
1,3	0,159	1,24	0,0008

Tabla 17. Datos de la recta de calibrado para la determinación de magnesio.

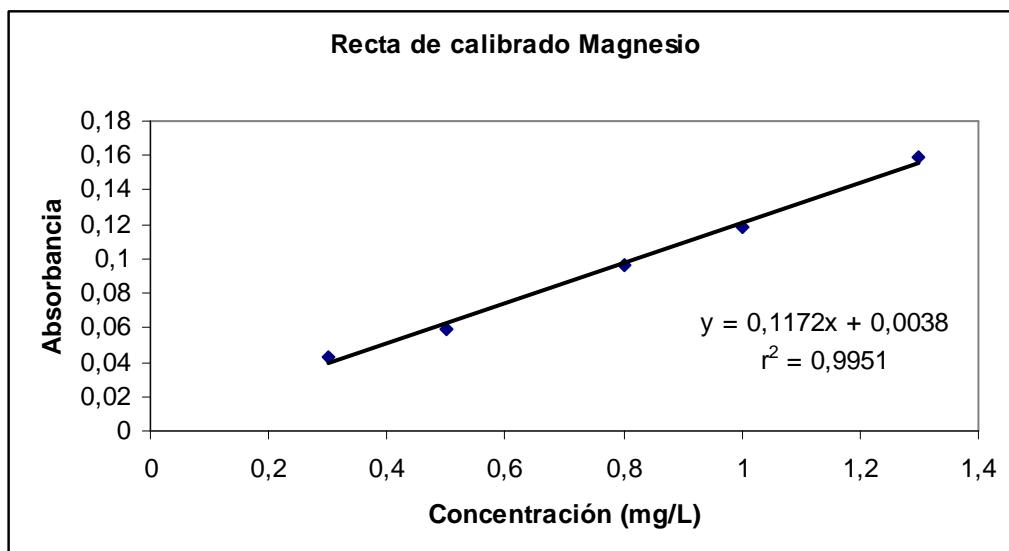


Figura 10. Recta de calibrado de magnesio.

Límite de detección

Desviación estándar del blanco= 0,0007 (realizando 10 lecturas)

Límite de detección = $(3 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Sensibilidad = pendiente de la recta de calibrado

Límite de detección = $(3 \times 0,0007) / 0,1168 = 0,0180 \text{ mg/L}$

Límite de cuantificación

Límite de cuantificación = $(10 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Límite de cuantificación = $(10 \times 0,0007) / 0,1168 = 0,0599 \text{ mg/L}$

Contenido de magnesio en las muestras

Una vez que se obtiene la recta de calibrado, se analizan las muestras preparadas por digestión y se observan los valores de absorbancia de cada una de ellas.

El cálculo de la concentración de magnesio se realiza como en anteriores apartados

En la siguiente tabla aparecen los resultados obtenidos:

Marca	Absorbancia	Coeficiente Variación	Desviación estándar	Concentración de Mg (mg/L)
Té Whittard of Chelsea	0,078	0,68	0,005	0,6651
Té Whittard of Chelsea duplicado	0,078	0,32	0,003	0,6651
Té Whittard of Chelsea con Ni	0,081	0,98	0,008	0,6908
Té al Limón Krüger	0,038	2,23	0,009	0,3226
Té al Limón Krüger duplicado	0,043	2,57	0,011	0,3655
Té al Limón Krüger con Cu	0,031	3,79	0,012	0,2627
Té verde Compañía de las indias	0,118	0,58	0,007	1,008
Té verde Compañía de las indias duplicado	0,123	0,53	0,007	1,050
Té verde Compañía de las indias con Ni	0,134	1,54	0,021	1,145
Té rojo Compañía de las indias	0,075	1,36	0,010	0,6394
Té rojo Compañía de las indias duplicado	0,069	1,12	0,008	0,5881
Té rojo Compañía de las indias con Cu	0,078	1,28	0,010	0,6651
Té al Limón Milford	0,071	0,68	0,005	0,6052
Té al Limón Milford duplicado	0,072	0,50	0,004	0,6137
Té al Limón Milford con Ni	0,056	1,40	0,008	0,4768

Tabla 18. Resultados de la determinación de magnesio.

Después de tener las concentraciones de magnesio, posteriormente se calculará la concentración de magnesio en los 50 mL de cada muestra. Y por ultimo se calcularán los miligramos de magnesio en los 100 gramos de té.

En la siguiente tabla se encuentran los resultados obtenidos:

Marca	Concentración de Mg (mg/L)	mg de Mg en 50 mL	mg Mg/100 g té
Té Whittard of Chelsea	0,6651	0,03326	0,5543
Té Whittard of Chelsea duplicado	0,6651	0,03326	0,5543
Té Whittard of Chelsea con Ni	0,6908	0,03454	0,5757
Té al Limón Krüger	0,3226	0,01613	0,2689
Té al Limón Krüger duplicado	0,3655	0,01827	0,3045
Té al Limón Krüger con Cu	0,2627	0,01314	0,2189
Té verde Compañía de las indias	1,008	0,05038	0,8396
Té verde Compañía de las indias duplicado	1,050	0,05252	0,8753
Té verde Compañía de las indias con Ni	1,145	0,05723	0,9538
Té rojo Compañía de las indias	0,6394	0,03197	0,5329
Té rojo Compañía de las indias duplicado	0,5881	0,02940	0,4900
Té rojo Compañía de las indias con Cu	0,6651	0,03326	0,5543
Té al Limón Milford	0,6052	0,03026	0,5043
Té al Limón Milford duplicado	0,6137	0,03069	0,5114
Té al Limón Milford Con Ni	0,4768	0,02384	0,3973

Tabla 19. Resultados de la determinación de magnesio.

Se observa que todas las muestras se encuentran por encima del límite de detección y cuantificación.

En la siguiente tabla se ha obtenido la media de las concentraciones de magnesio entre muestras del mismo té:

Muestra	Concentración de Mg (mg/100g té)
Té al limón Milford	0,5079
Té Whittard of Chelsea	0,5543
Té al limón Krüger	0,2867
Té verde Compañía de las indias	0,8575
Té rojo Compañía de las indias	0,5115

Tabla 20. Concentración media de magnesio (mg/100g té) de las diferentes muestras.

DETERMINACIÓN DE MANGANESO**Preparación de la recta de calibrado**

Se parte de una disolución comercial de 1000 mg/L de Mn comercial. A partir de esta disolución se tiene que obtener una disolución 100 veces más diluida (10 mg/L). Para ello se añade 1 mL de la disolución comercial en un matraz de 100 mL y se enrasa con agua destilada.

Para preparar la recta de calibrado se necesitan:

6 matraces aforados de 50 mL.

A cada uno de estos matraces habrá que añadir lo siguiente

- 7mL de la disolución de 1000 mg/L de Na^+
- 10 mL de la disolución de 70000 mg/L de K^+
- 10 mL de La de disolución 7000 mg/L de Mg^{2+}
- 13 mL de la disolución 1000 mg/L de Ca^{2+}
- 10 mL de HNO_3 al 69%

A cada uno de los matraces se añadirán 2, 5, 10, 15 y 20 mL de la disolución de Mn preparada excepto a uno de ellos que será el blanco.

Parámetros instrumentales optimizados

Longitud de onda (λ)	279,5 nm
Caudal de aire	30 u.a.
Caudal de acetileno	15 u.a.
Altura del mechero	8 u.a.
Profundidad del mechero	8 u.a.
Anchura de la rendija	0,2 nm
Intensidad de la lámpara	15 mA

Tabla 21. Parámetros instrumentales optimizados para la determinación de manganeso.

Representación de la recta de calibrado

Concentración (mg/L)	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar
0,02	0,007	1,72	0,0001
0,05	0,016	0,76	0,0001
0,10	0,031	1,10	0,0003
0,15	0,048	0,80	0,0004
0,20	0,063	0,86	0,0006

Tabla 22. Datos de la recta de calibrado para la determinación de manganeso.

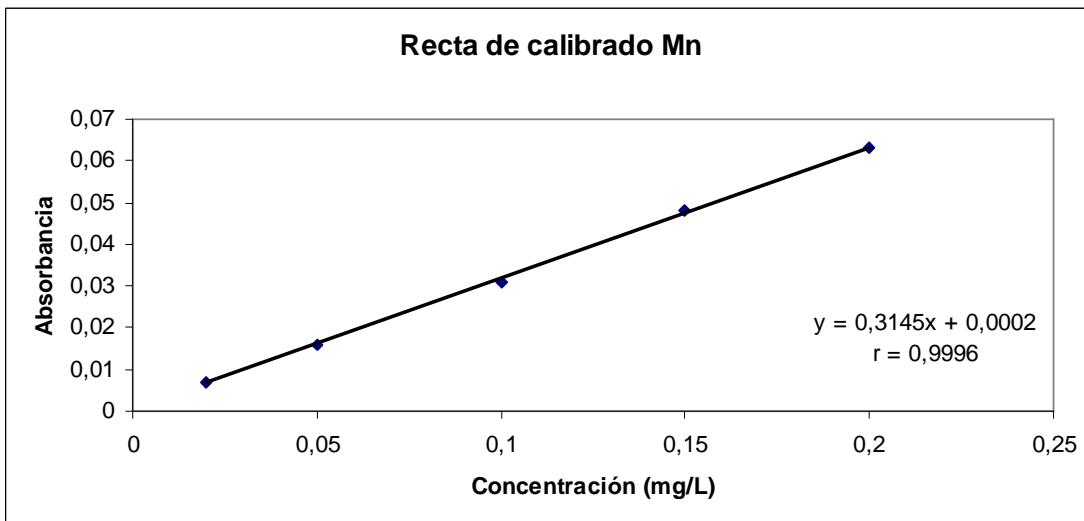


Figura 11. Recta de calibrado de manganeso.

Límite de detección

Desviación estándar del blanco= 0,0001 (realizando 10 lecturas)

Límite de detección = $(3 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Sensibilidad = pendiente de la recta de calibrado

Límite de detección = $(3 \times 0,0001) / 0,3145 = 0,0009539 \text{ mg/L}$

Límite de cuantificación

Límite de cuantificación = $(10 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Límite de cuantificación = $(10 \times 0,0001) / 0,3145 = 0,003180 \text{ mg/L}$

Contenido de manganeso en las muestras

Una vez que se obtiene la recta de calibrado, se analizan las muestras preparadas por digestión y se observan los valores de absorbancia de cada una de ellas.

La forma de obtener las concentraciones ha sido la misma que en apartados anteriores

Muestra	Absorbancia	Coeficiente de Variación	Desviación estándar	Concentración de Mn (mg/L)
Té al Limón Con 50µL Ni	0,024	1,25	0,0003	0,07611
Té al Limón	0,035	0,98	0,0003	0,11111
Té al Limón duplicado	0,032	1,02	0,0003	0,1015
Té al Limón Krüger	0,035	1,60	0,0006	0,11111
Té al Limón Krüger duplicado	0,038	1,42	0,0005	0,1206
Té al Limón Krüger Con 100µL Cu	0,036	0,82	0,0003	0,1143
Té Whittard of Chelsea	0,052	0,83	0,0004	0,1651
Té Whittard duplicado	0,051	0,36	0,0002	0,1620
Té Whittard con Ni	0,052	0,72	0,0004	0,1651
	0,142			
Té verde Compañía de las indias	0,030(diluido 5 veces)	0,32	0,0001	0,4759
	0,149			
Té verde Compañía de las indias duplicado	0,029(diluido 5 veces)	0,71	0,0002	0,4600
	0,160			
Té verde Compañía de las indias con Ni	0,032(diluido 5 veces)	0,95	0,0003	0,5077
Té rojo Compañía de las indias	0,052	0,82	0,0004	0,1651
Té rojo Compañía de las indias duplicado	0,034	1,00	0,0003	0,1079
Té rojo Compañía de las indias con 100µL Cu	0,037	0,17	0,0001	0,1174

Tabla 23. Resultados de la determinación de manganeso

Los valores en rojo han tenido que diluirse 5 veces debido a que los valores se salían del rango de la recta de calibrado.

Después de tener las concentraciones de manganeso, posteriormente se calculará la concentración de manganeso en los 50 mL de cada muestra. Y por ultimo se calcularán los miligramos en los 100 gramos de té.

En la siguiente tabla se encuentran los resultados obtenidos:

Muestra	Concentración de Mn (mg/L)	mg de Mn (50 mL)	mg Mn/100 g té
Té al Limón Milford Con 50µL Ni	0,07611	0,003806	0,06342
Té al Limón Milford	0,1111	0,005555	0,09258
Té al Limón Milford duplicado	0,1015	0,005075	0,08458
Té al Limón Krüger	0,1111	0,005555	0,09260
Té al Limón Krüger duplicado	0,1206	0,006030	0,1005
Té al Limón Krüger Con 100µL Cu	0,1143	0,005715	0,09525
Té Whittard of Chelsea	0,1651	0,008255	0,1376
Té Whittard duplicado	0,1620	0,008100	0,1350
Té Whittard con Ni	0,1651	0,008255	0,1376
Té verde Compañía de las indias (diluido 5 veces)	0,4759	0,02380	0,3966
Té verde Compañía de las indias duplicado diluido 5 veces	0,4600	0,02300	0,3833
Té verde Compañía de las indias con Ni (diluido 5 veces)	0,5077	0,02538	0,4231
Té tojo Compañía de las indias	0,1651	0,008255	0,1376
Té rojo Compañía de las indias duplicado	0,1079	0,005395	0,08992
Té rojo Compañía de las indias con 100µL Cu	0,1174	0,005870	0,09783

Tabla 24. Resultados de la determinación de manganeso

Todas las muestras se encuentran por encima del límite de detección y cuantificación.

En la siguiente tabla se ha obtenido la media de las concentraciones de manganeso entre muestras del mismo té.

Muestra	Concentración de Mn (mg/100g té)
Té al limón Milford	0,08860
Té Whittard of Chelsea	0,1363
Té al limón Krüger	0,09660
Té verde Compañía de las indias	0,3900
Té rojo Compañía de las indias	0,1138

Tabla 25. Concentración media de manganeso (mg/100g té) de las diferentes muestras.

DETERMINACIÓN DE CALCIO

Preparación de la recta de calibrado

Se parte de una disolución comercial de 1000 mg/L de Ca^{2+} comercial. A partir de esta disolución se tiene que obtener una disolución 10 veces más diluida (100 mg/L). Para ello se añade 10 mL de la disolución comercial en un matraz de 100 mL y se enrasa.

Para preparar la recta de calibrado se necesitan:

6 matraces aforados de 50 mL.

A cada uno de estos matraces habrá que añadir lo siguiente

- 7mL de la disolución de 1000 mg/L de Na^+
- 10 mL de la disolución de 70000 mg/L de K^+
- 10 mL de La de disolución 7000 mg/L de Mg^{2+}
- 10 mL de HNO_3 al 69%

A cada uno de los matraces se añadirán 1, 2, 3, 4 y 5 mL de la disolución de Ca^{2+} preparada excepto a uno de ellos que será el blanco.

Parámetros instrumentales

Longitud de onda (λ)	422,7 nm
Caudal de aire	35-40 u.a.
Caudal de acetileno	15 u.a.
Altura del mechero	8 u.a.
Profundidad del mechero	8-9 u.a.
Anchura de la rendija	0,7 nm
Intensidad de la lámpara	28 mA

Tabla 26. Parámetros

instrumentales

optimizados para la determinación de calcio.

Representación de la recta de calibrado

Concentración (mg/L)	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar
0,1	0,033	0,80	0,0003
0,2	0,053	2,72	0,0014
0,3	0,083	0,17	0,0001
0,4	0,091	0,38	0,0005
0,5	0,123	0,74	0,0007

Tabla 27. Datos de la recta de calibrado para la determinación de calcio.

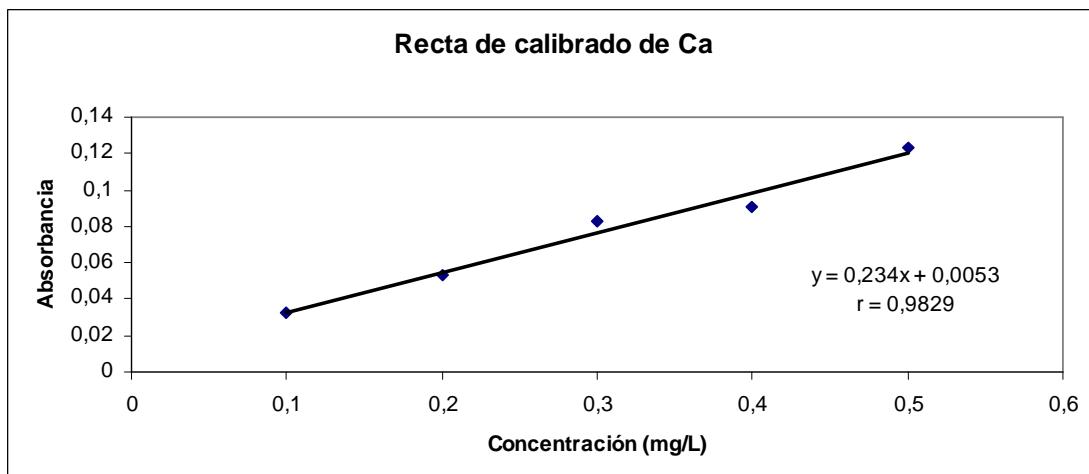


Figura 12. Recta de calibrado del calcio.

Límite de detección

Desviación estándar del blanco = 0,0001 (realizando 10 lecturas)

Límite de detección = $(3 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Sensibilidad = pendiente de la recta de calibrado

$$\text{Límite de detección} = (3 \times 0,0001) / 0,234 = 0,001282 \text{ mg/L}$$

Límite de cuantificación

$$\text{Límite de cuantificación} = (10 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$$

$$\text{Límite de cuantificación} = (10 \times 0,0001) / 0,234 = 0,004274 \text{ mg/L}$$

Contenido de calcio en las muestras

Una vez que se obtiene la recta de calibrado, se analizan las muestras preparadas por digestión y se observan los valores de absorbancia de cada una de ellas.

El cálculo de concentraciones se ha realizado como en los apartados anteriores.

En la siguiente tabla aparecen los resultados obtenidos:

MUESTRA	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar	Concentración de Ca (mg/L)
Té al limón Milford	0,120	1,59	0,0019	0,5075
Té al limón Milford duplicado	0,130	5,12	0,0019	0,5502
Té al limón Milford con Ni	0,950	2,67	0,0025	4,055
Té Whittard of Chelsea en 250 mL				
	0,231			
	0,077(diluido 5 veces)	1,48	0,0011	1,619
Té Whittard of Chelsea duplicado en 250mL				
	0,237			
	0,075(diluido 5 veces)	1,16	0,0009	1,576
Té Whittard of Chelsea con Ni en 250 mL				
	0,238			
	0,070(diluido 5 veces)	0,27	0,0002	1,450
Té al Limón Krüger				
	0,029	6,03	0,0017	0,1186
	0,026	3,79	0,0010	0,1058
Té al Limón Krüger duplicado				
	0,043	3,01	0,0013	0,1785
	0,037	1,25	0,0005	0,1528
Té al Limón Krüger con Cu				
	0,035	3,78	0,0013	0,1443
	0,031	4,00	0,0012	0,1271
Té verde Compañía de las indias				
	0,025	1,54	0,0004	0,1015
	0,022	2,00	0,0004	0,08872
Té verde Compañía de las indias duplicado				
	0,012	1,40	0,0002	0,04598
	0,012	2,23	0,0003	0,04598
Té verde Compañía de las indias con Ni				
	0,014	5,07	0,0007	0,05453
	0,015	3,37	0,0005	0,05880
Té rojo Compañía de las indias				
	0,072	3,07	0,0022	0,3024
Té rojo Compañía de las indias duplicado				
	0,118	2,93	0,0035	0,4990
Té rojo Compañía de las indias con Cu				
	0,188	2,31	0,0027	0,7981

Tabla 28. Resultados de la determinación de calcio

Los valores en rojo han tenido que diluirse 5 veces debido a que los valores se salían del rango de la recta de calibrado.

Después de tener las concentraciones de calcio, posteriormente se calculará la concentración de calcio en los 50 mL de cada muestra. Y por ultimo se calcularán los miligramos en los 100 gramos de té.

Se ha obtenido un dato sospechoso en la muestra "té al limón con níquel".

En la siguiente tabla se encuentran los resultados obtenidos:

Muestra	Concentración de Ca (mg/L)	mg de Ca en 50 mL	mg Ca/100g té
Té al limón Milford	0,5075	0,02538	0,4229
Té al limón Milford duplicado	0,5503	0,02751	0,4585
Té al limón Milford con Ni	4,055	0,2027	3,379
Té Whittard of Chelsea en 250 mL	1,619	0,08094	1,349
Té Whittard of Chelsea duplicado en 250 mL	1,576	0,0788	1,313
Té Whittard of Chelsea con Ni en 250 mL	1,469	0,07346	1,224
Té al Limón Krüger	0,1186	0,00593	0,09883
Té al Limón Krüger duplicado	0,1785	0,008925	0,1488
Té al Limón Krüger con Cu	0,1443	0,007215	0,1202
Té verde Compañía de las indias	0,1015	0,005075	0,08458
Té verde Compañía de las indias duplicado	0,04598	0,002299	0,03832
Té verde Compañía de las indias con Ni	0,0588	0,00294	0,049
Té rojo Compañía de las indias	0,3024	0,01512	0,252
Té rojo Compañía de las indias duplicado	0,499	0,02495	0,4158
Té rojo Compañía de las indias con Cu	0,7981	0,03991	0,6651

Tabla 29. Resultados de la determinación de calcio

Como se observa todas las muestras se encuentran por encima del límite de detección y cuantificación.

En la siguiente tabla se ha obtenido la media de las concentraciones de calcio entre muestras del mismo té.

Muestra	Concentración de Ca (mg/100g té)
Té al limón Milford	0,4407
Té Whittard of Chelsea	1,331
Té al limón Krüger	0,1238
Té verde Compañía de las indias	0,06150
Té rojo Compañía de las indias	0,3339

Tabla 30. Concentración media de calcio (mg/100g té) de las diferentes muestras.

Al calcular la media no se ha tenido en cuenta aquellas muestras con adición, ya que algunos valores no son validos.

DETERMINACIÓN DE MG, CA Y MN EN DISOLUCIÓN DIRECTA EN AGUA

Se han pesado 6 gramos en balanza analítica de cada muestra y se han disuelto en agua destilada para una posterior determinación de calcio, magnesio y manganeso.

Los pesos se han indicado en la tabla 4.

Muestra	Marca y características	Cantidad pesada (g)	Volumen de agua (mL)
1	Té al Limón Milford	6,0098	50
2	Té al Limón Krüger	6,0525	50
3	Té rojo Compañía de las indias	6,0100	200
		6,0057	100
4	Té verde Compañía de las indias	6,0150	50
5	Té Whittard of Chelsea	6,0992	50

Tabla 31. Muestras por disolución directa en agua.

Todas las muestras se han disuelto en 50 mL excepto en el té rojo Compañía de las Indias que se ha tenido que disolver en volúmenes más grandes. Esto se debe a que la señal dada por la muestra de té rojo no era válida en el rango de la recta de calibrado, y tubo que ajustarse con el volumen.

Recta de calibrado de magnesio

Concentración (mg/L)	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar
0,2	0,019	2,24	0,0012
0,3	0,029	4,72	0,0014
0,5	0,054	1,85	0,0010
0,8	0,069	2,44	0,0017
1,0	0,094	2,69	0,0025

Tabla 32. Datos de la recta de calibrado para la determinación de magnesio.

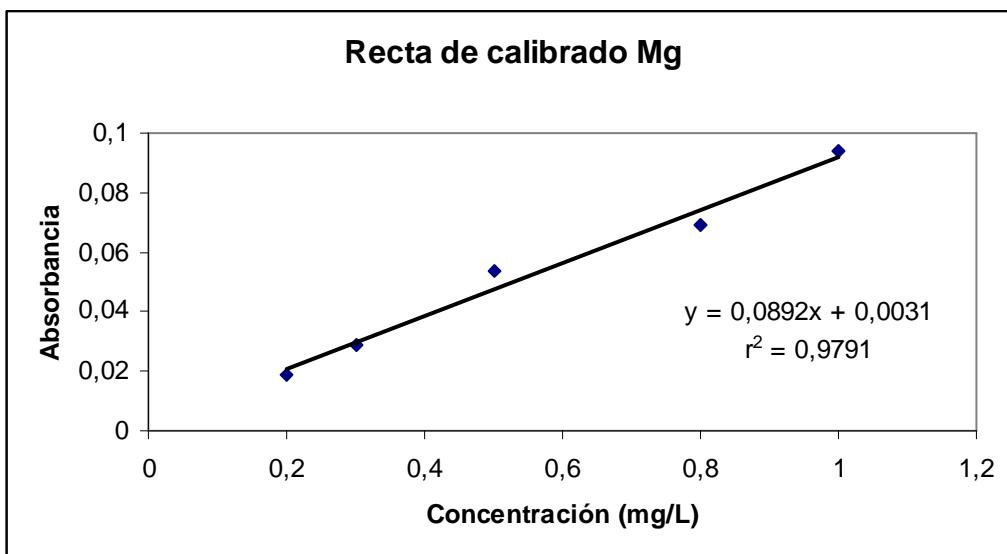


Figura 13. Recta de calibrado de magnesio.

Límite de detección

Desviación estándar del blanco= 0,0017 (realizando 10 lecturas)

Límite de detección = $(3 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Sensibilidad = pendiente de la recta de calibrado

Límite de detección = $(3 \times 0,0017) / 0,0907 = 0,05623 \text{ mg/L}$

Límite de cuantificación

Límite de cuantificación = $(10 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Límite de cuantificación = $(10 \times 0,0017) / 0,0907 = 0,1874 \text{ mg/L}$

Contenido de magnesio en las muestras

Una vez que se obtiene la recta de calibrado, se analizan las muestras preparadas por disolución directa en agua y se observan los valores de absorbancia de cada una de ellas.

Para calcular las concentraciones se realizará de la misma manera que en los apartados anteriores.

En la siguiente tabla aparecen los resultados obtenidos:

Muestra	Absorbancia	Coeficiente de Variación	Desviación estándar	Concentración de Mg (mg/L)
Té rojo Compañía de las indias (en 100 mL)	0,023	4,95	0,0011	0,5032
Té verde Compañía de las indias	0,064	3,05	0,0020	0,7036
Té Whittard of Chelsea	0,050	3,21	0,0016	0,5493
Té al Limón Milford	0,049	1,38	0,0007	0,5382
Té al limón Krüger	0,028	3,04	0,0009	0,3067

Tabla 33. Resultados de la determinación de magnesio.

Después de tener las concentraciones de magnesio, posteriormente se calculará la concentración en los 50 mL de cada muestra. Y por último se calcularán los miligramos en los 100 gramos de té.

En la siguiente tabla se encuentran los resultados obtenidos:

Muestra	Concentración de Mg (mg/L)	mg de Mg en 50 mL	mg de Mg/100g de té
Té Rojo Compañía de las indias (en 100 mL)	0,5032	0,02516	0,4193
Té verde Compañía de las indias	0,7036	0,03518	0,5864
Té Whittard of Chelsea	0,5493	0,02746	0,4577
Té al Limón Milford	0,5382	0,02691	0,4485
Té al limón Krüger	0,3067	0,01534	0,2556

Tabla 34. Resultados de la determinación de magnesio.

Como se observa todas las muestras se encuentran por encima del límite de detección y cuantificación.

Recta de calibrado de manganeso

Concentración mg/L	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar
0,02	0,003	3,40	0,0005
0,05	0,010	0,60	0,0002
0,10	0,019	0,97	0,0007
0,15	0,027	0,61	0,0002
0,20	0,039	0,71	0,0004

Tabla 35. Datos de la recta de calibrado para la determinación de manganeso.

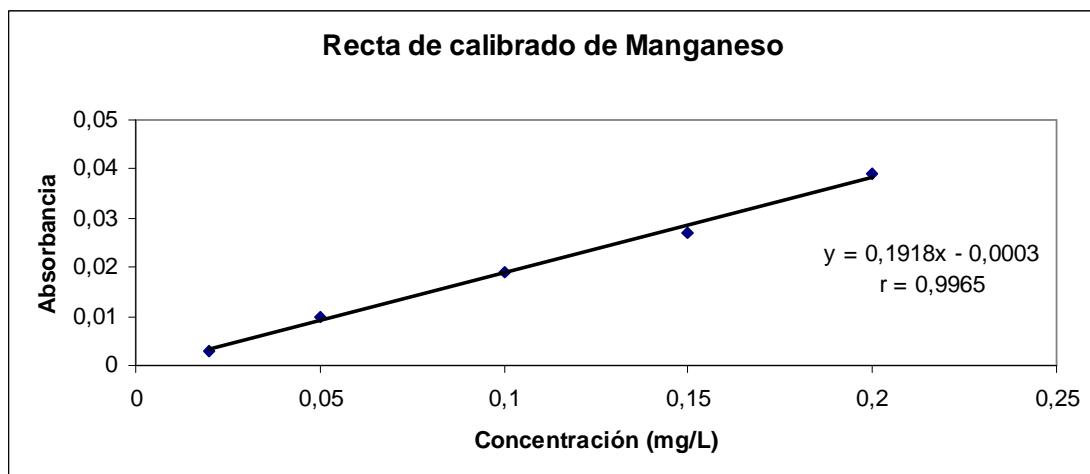


Figura 14. Recta de calibrado de manganeso.

Límite de detección

Desviación estándar del blanco= 0,0001 (realizando 10 lecturas)

Límite de detección = $(3 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Sensibilidad = pendiente de la recta de calibrado

Límite de detección = $(3 \times 0,0001) / 0,1918 = 0,001564 \text{ mg/L}$

Límite de cuantificación

Límite de cuantificación = $(10 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Límite de cuantificación = $(10 \times 0,0001) / 0,1918 = 0,005214 \text{ mg/L}$

Contenido de manganeso en las muestras

Una vez que se obtiene la recta de calibrado, se analizan las muestras preparadas por disolución directa en agua y se observan los valores de absorbancia de cada una de ellas.

Para calcular las concentraciones se ha realizado de la misma manera que en apartados anteriores

En la siguiente tabla aparecen los resultados obtenidos:

Muestra	Absorbancia	Coeficiente de Variación	Desviación estándar	Concentración de Mn (mg/L)
Té rojo Compañía de las indias (en 100 mL)	0,0110	1,19	0,0001	0,1153
Té verde Compañía de las indias (diluido 5 veces)	0,0180	0,49	0,0001	0,4707
Té Whittard of Chelsea	0,0350	0,79	0,0003	0,1828
Té al Limón Milford	0,0240	0,84	0,0002	0,1254
Té al limón Krüger	0,0240	0,63	0,0002	0,1254

Tabla 36. Resultados de la determinación de magnesio.

Después de tener las concentraciones de magnesio, posteriormente se calculará la concentración en los 50 mL de cada muestra. Y por ultimo se calcularán los miligramos en los 100 gramos de té.

En la siguiente tabla se encuentran los resultados obtenidos:

Muestra	Concentración de Mn (mg/L)	mg de Mn en 50 mL	mg de Mn/100 g Té
Té rojo Compañía de las indias (en 100 mL)	0,1153	0,005765	0,09609
Té verde Compañía de las indias	0,4707	0,02354	0,3923
Té Whittard of Chelsea	0,1828	0,009139	0,1523
Té al Limón Milford	0,1254	0,006272	0,1045
Té al limón Krüger	0,1254	0,006272	0,1045

Tabla 37. Resultados de la determinación de manganeso.

Como se observa todas las muestras se encuentran por encima del límite de detección y cuantificación.

Recta de calibrado de calcio

Concentración (mg/L)	Absorbancia	Coeficiente de variación	Desviación estándar
0,1	0,024	1,09	0,0007
0,2	0,051	1,16	0,0006
0,3	0,074	0,78	0,0007
0,4	0,097	0,74	0,0007
0,5	0,121	1,21	0,0009

Tabla 38. Datos de la recta de calibrado para la determinación de calcio.

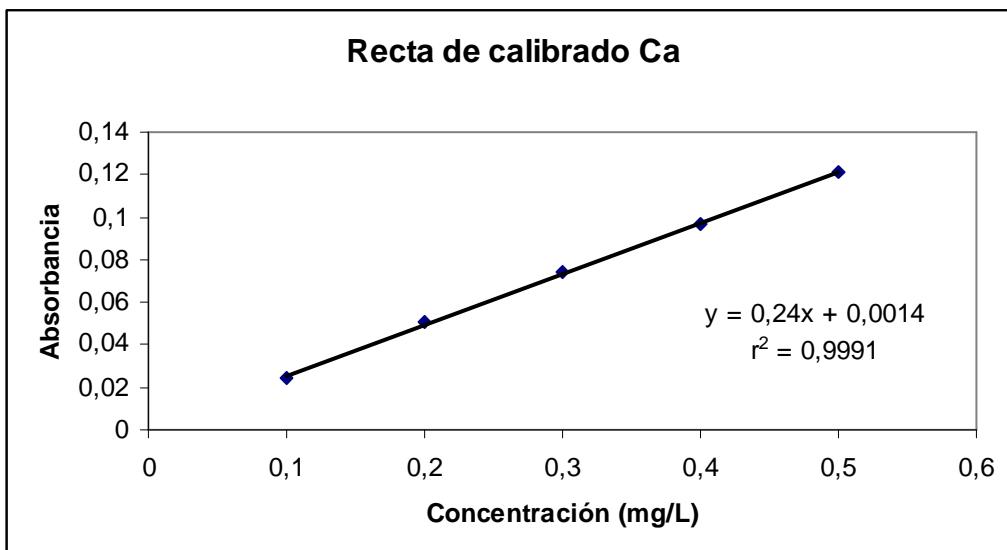


Figura 15. Recta de calibrado de calcio.

Límite de detección

Desviación estándar del blanco= 0,0005 (realizando 10 lecturas)

Límite de detección = $(3 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$

Sensibilidad = pendiente de la recta de calibrado

Límite de detección = $(3 \times 0,0005) / 0,2425 = 0,006186 \text{ mg/L}$

Límite de cuantificación

$$\text{Límite de cuantificación} = (10 \times \text{desv. estándar blanco}) / \text{sensibilidad}$$

$$\text{Límite de cuantificación} = (10 \times 0,0005) / 0,2425 = 0,02062 \text{ mg/L}$$

Contenido de calcio en las muestras

Una vez que se obtiene la recta de calibrado, se analizan las muestras preparadas por disolución directa en agua y se observan los valores de absorbancia de cada una de ellas.

Para calcular las concentraciones se ha realizado de la misma manera que en apartados anteriores

En la siguiente tabla aparecen los resultados obtenidos:

Muestra	Absorbancia	Coeficiente de Variación	Desviación estándar	Concentración de Ca (mg/L)
Té rojo Compañía de las indias (en 200 mL)	0,066	1,12	0,0007	1,085
Té verde Compañía de las indias	0,025 0,409	0,86	0,0002	0,1023
Té Whittard of Chelsea	0,077 (diluida 10 veces)	0,13	0,0001	3,167
Té al Limón Milford	0,072	1,02	0,0007	0,2961
Té al limón Krüger	0,040	1,47	0,0006	0,1641

Tabla 39. Resultados de la determinación de calcio.

Después de tener las concentraciones de calcio, posteriormente se calculará la concentración en los 50 mL de cada muestra. Y por ultimo se calcularán los miligramos en los 100 gramos de té.

En la siguiente tabla se encuentran los resultados obtenidos:

Muestra	Concentración de Ca (mg/L)	mg de Ca en 50 mL	mg Ca/100 g té
Té rojo Compañía de las indias (en 200 mL)	1,085	0,05427	0,9045
Té verde Compañía de las indias	0,1023	0,005115	0,08524
Té Whittard of Chelsea	3,167	0,1584	2,639
Té al Limón Milford	0,2961	0,01481	0,2468
Té al limón Krüger	0,1641	0,008207	0,1368

Tabla 40. Resultados de la determinación de calcio.

Como se observa todas las muestras se encuentran por encima del límite de detección y cuantificación.

CONCLUSIONES

PARÁMETROS INSTRUMENTALES

Elemento	Cobre	Níquel	Magnesio	Manganoso	Calcio
Longitud de onda (λ)	324,8	232	201,5	279,5	422,7
Caudal de aire (u.a.)	25-30	40	35	30	35-40
Caudal de acetileno (u.a.)	5	15	30	15	15
Altura de mechero (u.a.)	7-8	6-7	6	8	8
Profundidad del mechero (u.a.)	9	8	8-9	8	8-9
Anchura de rendija (nm)	0,7	0,2	0,7	0,2	0,7
Intensidad de la lámpara (mA)	10	10	28	15	28

Tabla 41. Parámetros instrumentales optimizados de todos los elementos.

PARÁMETROS ANALÍTICOS

Elemento	Ecuación Recta	Coeficiente de Regresión	LD (mg/L)	LC (mg/L)	Sensibilidad (l/mg)
Cobre	$y = 0,0252x + 0,0006$	0,9995	0,08290	0,2381	0,0252
Níquel	$y = 0,0107x + 0,0000005$	0,9940	0,1121	0,3738	0,0107
Magnesio	$y = 0,1168x + 0,0027$	0,9954	0,01800	0,05990	0,1168
Manganoso	$y = 0,3145x + 0,0002$	0,9996	0,0009539	0,003180	0,3145
Calcio	$y = 0,234x + 0,0053$	0,9829	0,001282	0,004274	0,234
Magnesio (disol. Directa)	$y = 0,0907x + 0,002$	0,9846	0,05623	0,1874	0,0907
Manganoso (disol. Directa)	$y = 0,1918x - 0,0003$	0,9965	0,001564	0,005214	0,1918
Calcio (disol. Directa)	$y = 0,2425x + 0,0008$	0,9991	0,006186	0,02062	0,2425

Tabla 42. Parámetros analíticos obtenidos por calibración externa de todos los elementos.

COMPARACIÓN ENTRE DIFERENTES MARCAS COMERCIALES

Para las determinaciones de cobre y níquel no es posible la comparación debido a que los resultados obtenidos se encuentran por debajo del límite de detección.

Mg en la muestra tratada o tras la digestión

Marca	mg Mg/100 g té
Té Whittard of Chelsea	0,5543
Té al Limón Krüger	0,2867
Té verde Compañía de las indias	0,8575
Té rojo Compañía de las indias	0,5114
Té al Limón Milford	0,5079

Tabla 43. Concentración de magnesio (mg/100g) para cada marca comercial por digestión.

Mg en disolución directa

Marca	mg Mg/100 g té
Té Whittard of Chelsea	0,4577
Té al Limón Krüger	0,2556
Té verde Compañía de las indias	0,5864
Té rojo Compañía de las indias	0,4193
Té al Limón Milford	0,4485

Tabla 44. Concentración de magnesio para cada marca comercial por disolución directa.

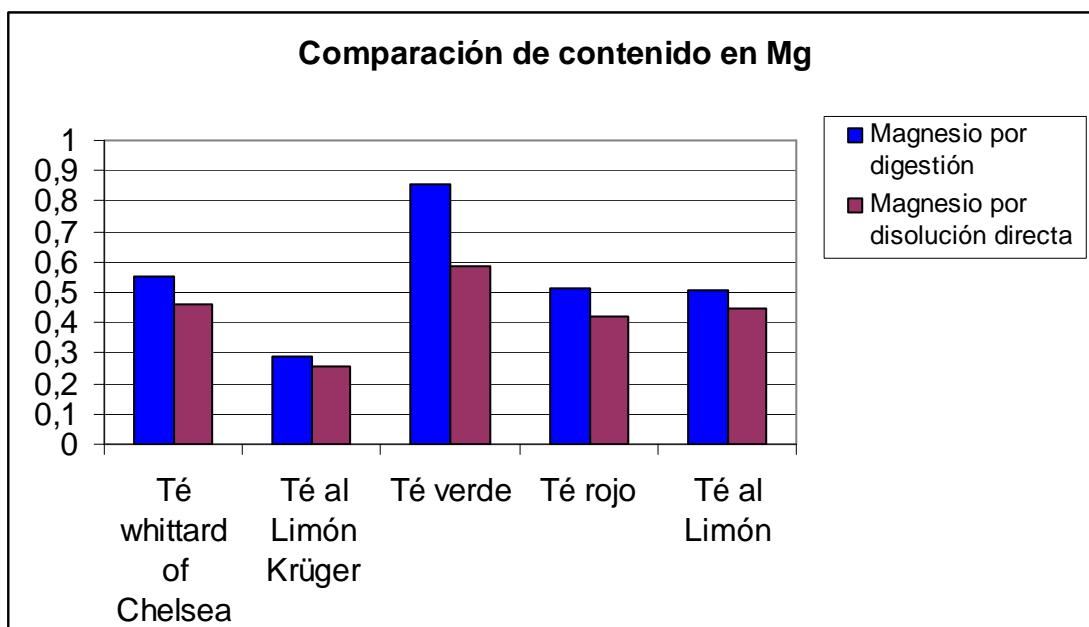


Figura 16. Comparación de magnesio (mg/100g) para marcas comerciales.

Comparación de tratamientos

En la siguiente tabla se muestra el porcentaje que queda del analito en la muestra por disolución directa en relación con el tratamiento por digestión. En disolución directa es lo que realmente consumimos:

Muestra	Tratamiento (mg/100g)		% Restante
	Disolución directa	Digestión	
Té Rojo Compañía de las indias	0,4193	0,5115	81,97
Té verde Compañía de las indias	0,5864	0,8575	68,38
Té Whittard of Chelsea	0,4577	0,5543	82,57
Té al Limón Milford	0,4485	0,5079	88,30
Té al Limón Krüger	0,2556	0,2867	89,15

Tabla 45. Relación entre disolución directa y digestión de magnesio

Mn en la muestra tratada o tras la digestión

Marca	mg Mn/100 g té
Té Whittard of Chelsea	0,1364
Té al Limón Krüger	0,09654
Té verde Compañía de las indias	0,3900
Té rojo Compañía de las indias	0,1138
Té al Limón Milford	0,08858

Tabla 46. Concentración de manganeso (mg/100g) para cada marca comercial por digestión.

Mn en disolución directa

Marca	mg Mn/100 g té
Té Whittard of Chelsea	0,1523
Té al Limón Krüger	0,1045
Té verde Compañía de las indias	0,3923
Té rojo Compañía de las indias	0,09609
Té al Limón Milford	0,1045

Tabla 47. Concentración de manganeso (mg/100g) para cada marca comercial por disolución directa.

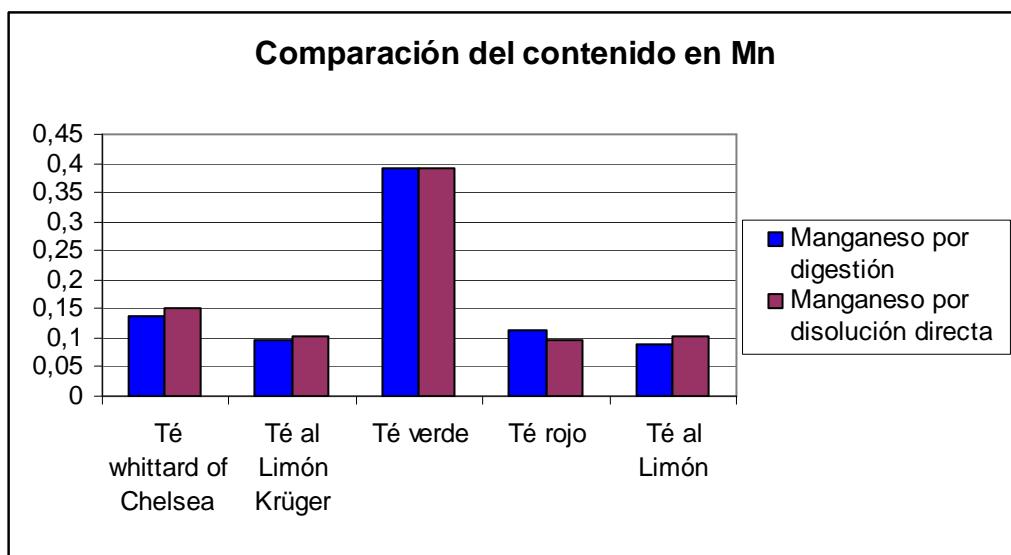


Figura 17. Comparación de manganeso (mg/100g) para marcas comerciales.

Comparación de tratamientos

En la siguiente tabla se muestra el porcentaje que queda del analito en la muestra por disolución directa en relación con el tratamiento por digestión, que es lo que realmente consumimos:

Marca	Tratamiento (mg/100g)		% Restante
	Disolución directa	Digestión	
Té Whittard of Chelsea	0,1523	0,1364	111,7
Té al Limón Krüger	0,1045	0,09654	108,2
Té verde Compañía de las indias	0,3923	0,3900	100,6
Té rojo Compañía de las indias	0,09609	0,1138	84,44
Té al Limón Milford	0,1045	0,08858	118,0

Tabla 48. Relación entre disolución directa y digestión de manganeso

Ca en la muestra tratada o tras la digestión

Marca	mg Ca/100 g té
Té Whittard of Chelsea	1,331
Té al Limón Krüger	0,1158
Té verde Compañía de las indias	0,05891
Té rojo Compañía de las indias	0,3339
Té al Limón Milford	0,4407

Tabla 49. Concentración de calcio (mg/100g) para cada marca comercial por digestión.

Ca en disolución directa

Marca	mg Ca/100 g té
Té Whittard of Chelsea	2,639
Té al Limón Krüger	0,09654
Té verde Compañía de las indias	0,08524
Té rojo Compañía de las indias	0,9046
Té al Limón Milford	0,2468

Tabla 50. Concentración de calcio (mg/100g) para cada marca comercial por disolución directa.

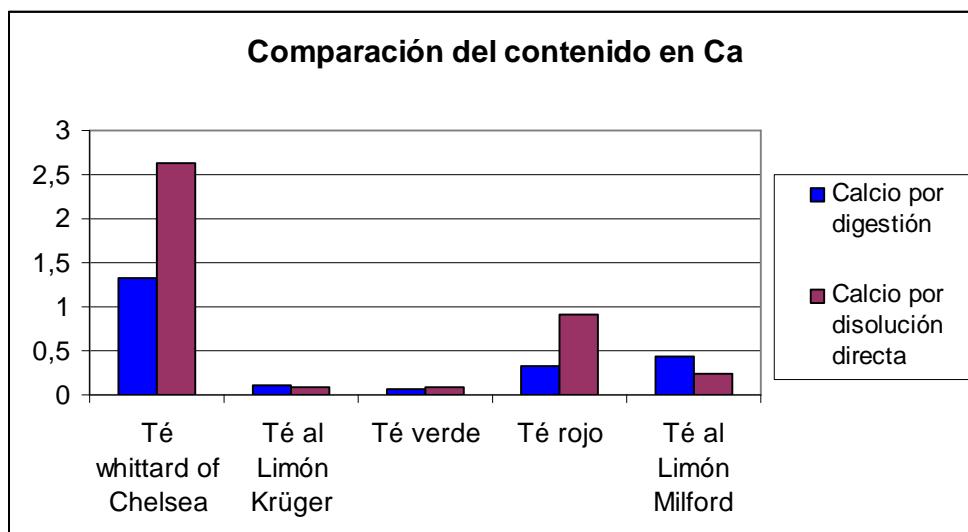


Figura 18. Comparación de calcio (mg/100g) para cada marca comercial.

Comparación de tratamientos

En la siguiente tabla se muestra el porcentaje que queda del analito en la muestra por disolución directa en relación con el tratamiento por digestión, que es lo que realmente consumimos:

Marca	Tratamiento (mg/100g)		% Restante
	Disolución directa	Digestión	
Té Whittard of Chelsea	2,639	1,331	198,27
Té al Limón Krüger	0,09654	0,1158	83,37
Té verde Compañía de las indias	0,08524	0,05891	144,70
Té rojo Compañía de las indias	0,9046	0,3339	270,92
Té al Limón Milford	0,2468	0,4407	56,00

Tabla 51. Relación entre disolución directa y digestión de calcio

Como se observa en la tabla 50, se obtienen valores de concentración de calcio en disolución directa mayores que en digestión. Generalmente sucede al revés, pero se debe a qué se trata de té solubles y puede ser que el tratamiento con ácidos haya sido innecesario y por lo tanto erróneo. En el caso del manganeso sucede lo mismo (tabla 47). Como también se ha puesto de manifiesto en el estudio de recuperación de Cu y Ni, que como máximo se ha llegado a obtener alrededor del 85%.

Las siguientes figuras muestran una comparación de todos los elementos entre las distintas marcas:

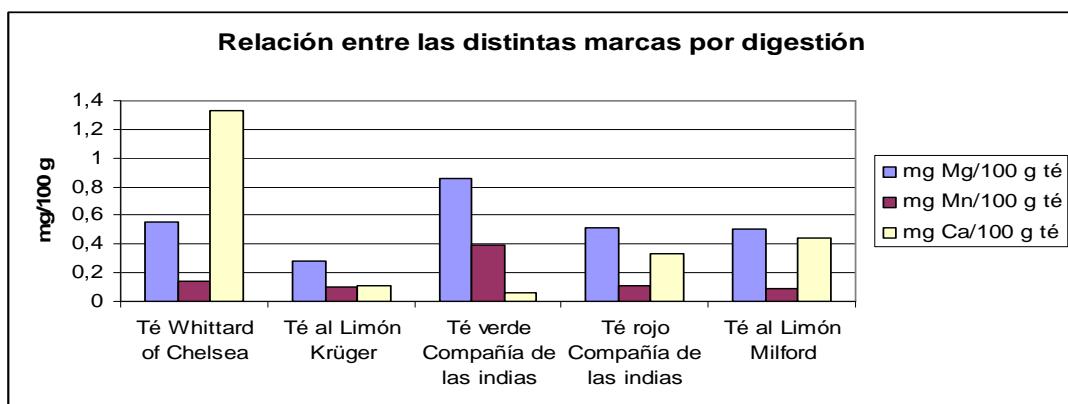


Figura 19. Comparación de marcas de té con medidas tomadas por digestión.

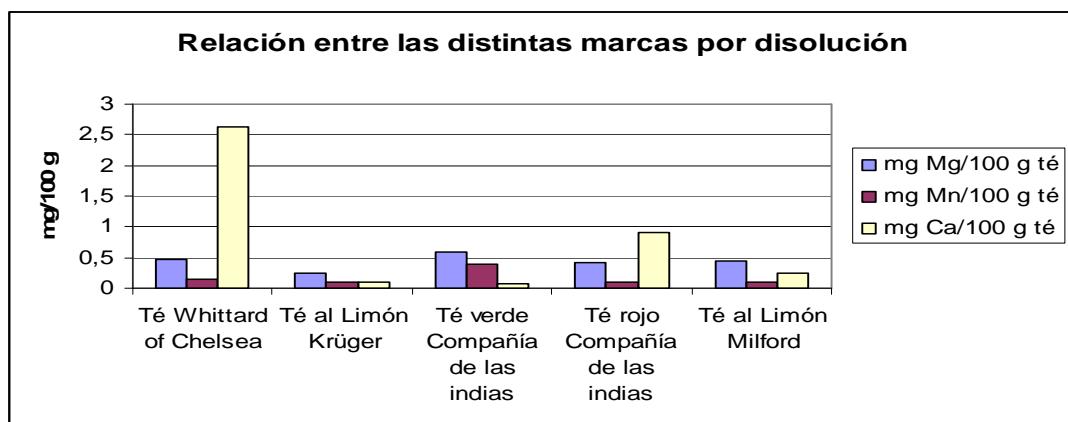


Figura 20. Comparación de marcas de té con medidas tomadas por disolución.

La variedad de té que tiene mayor contenido de magnesio y manganeso es el té verde Compañía de las Indias, mientras que el té Whittard of Chelsea es el que mayor concentración de calcio posee.

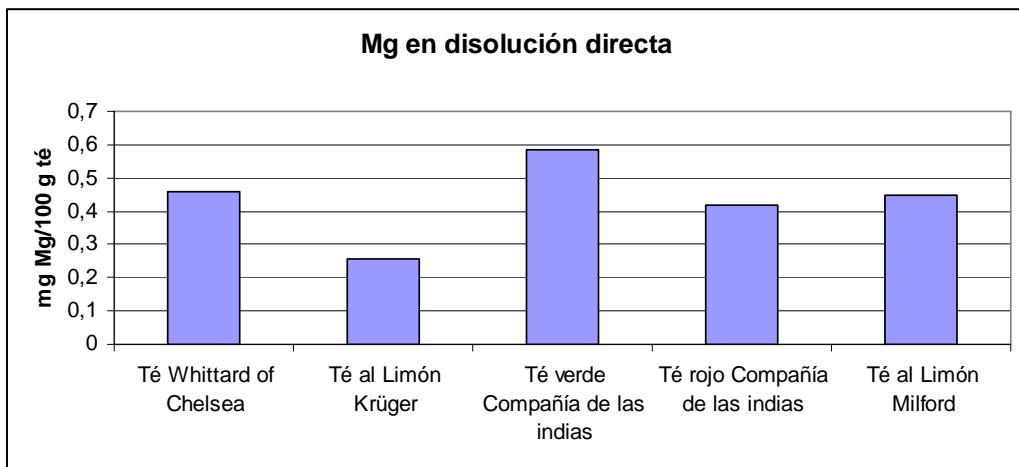


Figura 21. Comparación de concentración de magnesio entre las marcas estudiadas en disolución directa.

La mayor concentración de magnesio se encuentra en el té verde Compañía de las indias y la menor en té al limón Krüger.

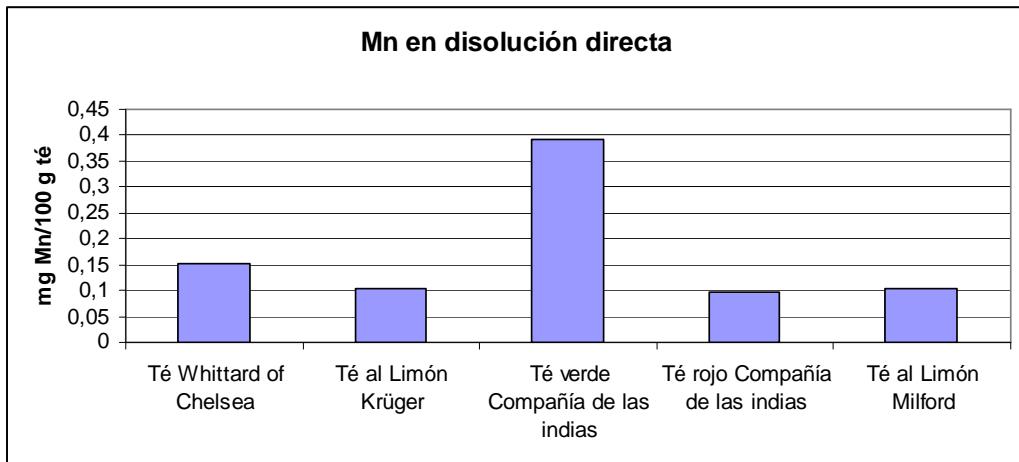


Figura 22. Comparación de concentración de manganeso entre las marcas estudiadas en disolución directa.

La mayor concentración de manganeso se encuentra en el té verde Compañía de las indias y la menor en el té rojo Compañía de las indias.

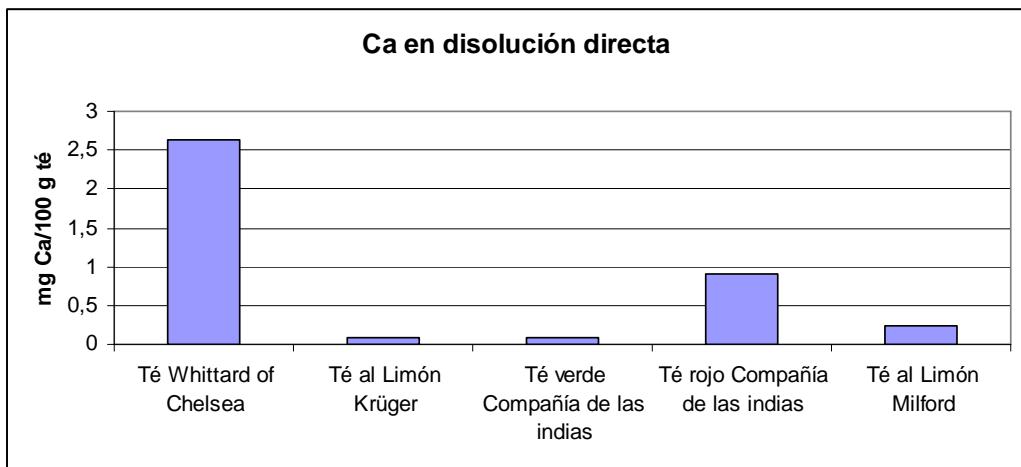


Figura 23. Comparación de concentración de calcio entre las marcas estudiadas en disolución directa.

La mayor concentración de calcio se encuentra en el té Whittard of Chelsea y la menor en el té verde Compañía de las indias.

Las mayores incidencias que se han observado a lo largo de la ejecución del proyecto han sido las interferencias causadas por el cobre y el níquel adicionado.

Hay casos en los que interfiere obteniendo un valor de absorción alto, y por lo tanto se ha puesto de manifiesto la interferencia en la señal causada por la adición de Cu y Ni, muy acusada en algunas de las muestras estudiadas.

Con estos resultados se concluye que es preferible llevar a cabo la EAA con tratamiento en disolución directa, debido a las considerables pérdidas obtenidas con digestión con ácidos.

BIBLIOGRAFÍA

PÁGINAS DE INTERNET Y LIBROS CONSULTADOS

- [1] http://www.consumer.es/web/es/alimentacion/aprender_a_comer_bien/curiosidades/2001/06/20/34896.php

Fecha última consulta: 18/02/11

- [2] <http://www.actosdeamor.com/tverde.htm>

Fecha última consulta: 18/02/11

- [3] <http://es.wikipedia.org/wiki/T%C3%A9>

Fecha última consulta: 18/02/11

- [4] http://www.alimentosargentinos.gov.ar/0-3/revistas/r_34/cadenas/te.htm

Fecha última consulta: 23/08/10

- [5] Ruberte Sánchez L., Fernández Castel A. Apuntes de clase asignatura Química analítica

Fecha última consulta: 20/08/10

- [6] Manual del espectrofotómetro de absorción y emisión atómica Perkin-Elmer 2280

- [7] Clara Lapiedra Tomás. Proyecto fin de carrera. 2009

"Espectroscopía de absorción atómica para la determinación de elementos mayoritarios en café"

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Tipos de té.....	8
Tabla 2. Composición química del té negro.....	10
Tabla 3. Muestras preparadas por digestión.....	29
Tabla 4. Muestras preparadas por disolución directa en agua.....	30
Tabla 5. Tabla resumen de las adiciones de cada elemento para el estudio de recuperación	31
Tabla 6. Parámetros instrumentales optimizados para la determinación de cobre.....	33
Tabla 7. Datos de la recta de calibrado para la determinación de cobre.....	33
Tabla 8. Resultados de la determinación de cobre.....	36
Tabla 9. Resultados de la determinación de cobre.....	37
Tabla 10. Resultados del estudio de recuperación de cobre.....	38
Tabla 11. Parámetros instrumentales optimizados para la determinación de níquel.....	39
Tabla 12. Datos de la recta de calibrado para la determinación de níquel.....	39
Tabla 13. Resultados de la determinación de níquel.....	41
Tabla 14. Resultados de la determinación de níquel.....	42
Tabla 15. Resultados del estudio de recuperación de níquel.....	43
Tabla 16. Parámetros instrumentales optimizados para la determinación de magnesio.....	44
Tabla 17. Datos de la recta de calibrado para la determinación de magnesio.....	45
Tabla 18. Resultados de la determinación de magnesio.....	47
Tabla 19. Resultados de la determinación de magnesio.....	48
Tabla 20. Concentración media de magnesio (mg/100g té) de las diferentes muestras.....	48
Tabla 21. Parámetros instrumentales optimizados para la determinación de manganeso.	50
Tabla 22. Datos de la recta de calibrado para la determinación de manganeso.....	50
Tabla 23. Resultados de la determinación de manganeso	52
Tabla 24. Resultados de la determinación de manganeso	53
Tabla 25. Concentración media de manganeso (mg/100g té) de las diferentes muestras.	53
Tabla 26. Parámetros instrumentales optimizados para la determinación de calcio.	54
Tabla 27. Datos de la recta de calibrado para la determinación de calcio.	55
Tabla 28. Resultados de la determinación de calcio.....	57
Tabla 29. Resultados de la determinación de calcio.....	58
Tabla 30. Concentración media de calcio (mg/100g té) de las diferentes muestras.	58
Tabla 31. Muestras por disolución directa en agua.....	59
Tabla 32. Datos de la recta de calibrado para la determinación de magnesio.....	59
Tabla 33. Resultados de la determinación de magnesio.....	61
Tabla 34. Resultados de la determinación de magnesio.....	61
Tabla 35. Datos de la recta de calibrado para la determinación de manganeso.....	62
Tabla 36. Resultados de la determinación de magnesio.....	64
Tabla 37. Resultados de la determinación de manganeso.....	64
Tabla 38. Datos de la recta de calibrado para la determinación de calcio.	65
Tabla 39. Resultados de la determinación de calcio.....	66
Tabla 40. Resultados de la determinación de calcio.....	67
Tabla 41. Parámetros instrumentales optimizados de todos los elementos.....	69
Tabla 42. Parámetros analíticos obtenidos por calibración externa de todos los elementos.	69

Tabla 43.	Concentración de magnesio (mg/100g) para cada marca comercial por digestión.....	70
Tabla 44.	Concentración de magnesio para cada marca comercial por disolución directa.	71
Tabla 45.	Relación entre disolución directa y digestión de magnesio	72
Tabla 46.	Concentración de manganeso (mg/100g) para cada marca comercial por digestión.....	72
Tabla 47.	Concentración de manganeso (mg/100g) para cada marca comercial por disolución directa.	73
Tabla 48.	Relación entre disolución directa y digestión de manganeso	74
Tabla 49.	Concentración de calcio (mg/100g) para cada marca comercial por digestión.	74
Tabla 50.	Concentración de calcio (mg/100g) para cada marca comercial por disolución directa. 75	
Tabla 51.	Relación entre disolución directa y digestión de calcio.....	76

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.	Evolución de la producción mundial de té	13
Figura 2.	Distribución geográfica de los países productores de té	13
Figura 3.	Representación de los componentes instrumentales del EAA.	20
Figura 4.	Micropipeta.....	24
Figura 5.	Espectrofotómetro de emisión-absorción atómica Perkin-Elmer 2280.....	26
Figura 6.	Placa calefactora.....	27
Figura 7.	Balanza analítica.....	27
Figura 8.	Recta de calibrado para la determinación de cobre.....	34
Figura 9.	Recta de calibrado de níquel.....	40
Figura 10.	Recta de calibrado de magnesio.	45
Figura 11.	Recta de calibrado de manganeso.	51
Figura 12.	Recta de calibrado del calcio.	55
Figura 13.	Recta de calibrado de magnesio.	60
Figura 14.	Recta de calibrado de manganeso.	62
Figura 15.	Recta de calibrado de calcio.	65
Figura 16.	Comparación de magnesio (mg/100g) para marcas comerciales.....	71
Figura 17.	Comparación de manganeso (mg/100g) para marcas comerciales.	73
Figura 18.	Comparación de calcio (mg/100g) para cada marca comercial.	75
Figura 19.	Comparación de marcas de té con medidas tomadas por digestión.	77
Figura 20.	Comparación de marcas de té con medidas tomadas por disolución.	77
Figura 21.	Comparación de concentración de magnesio entre las marcas estudiadas en disolución directa.	78
Figura 22.	Comparación de concentración de manganeso entre las marcas estudiadas en disolución directa.	78
Figura 23.	Comparación de concentración de calcio entre las marcas estudiadas en disolución directa.	79