

Nuevo método para determinar el contenido de sodio en alimentos por titulación termométrica del punto final (TET)

Nota del editor: Este artículo es una traducción del artículo «Novel method for determination of sodium in foods by thermometric endpoint titrimetry (TET)» de Thomas Smith y Christian Haider que fue publicado en el Journal of Agricultural Chemistry and Environment, Vol. 3. No.1B, 20–25 (2014). <http://dx.doi.org/10.4236/jacen.2014.31B005>

Resumen

En este trabajo se describe un método innovador pero sencillo, rápido y robusto, la titulación termométrica del punto final (TET = Thermometric Endpoint Titration), para determinar el contenido de sodio en varios alimentos. El sodio reacciona exotérmicamente con aluminio en presencia de un exceso de iones potasio y flúor para formar NaK_2AlF_6 , denominado “elpasolite”. Esta reacción es la base de un procedimiento analítico robusto y fiable, el cual es apto para un control rutinario de procesos. La reacción del calcio bajo condiciones similares (para formar KCaAlF_6) podría implicar, que potencialmente el calcio pudiese interferir en la determinación de sodio en algunos alimentos. Los resultados de una investigación sugieren, que bajo relaciones molares de $[\text{Ca}]/[\text{Na}] < 0,85$ el error sería $< 1\%$ del valor medido de sodio.

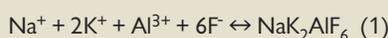
Palabras claves: Sodio, titulación, alimentos, productos alimenticios, TET, titulación termométrica del punto final, “elpasolite”

Introducción

Recientemente, el impacto negativo de altos niveles de sodio dietético en la salud humana ha atraído cada vez más la atención de las autoridades de la salud pública. En muchas jurisdicciones, existe una exigencia para los productores de alimentos de declarar, sobre el envase, el contenido total de sodio del producto. Hasta el momento, el sodio en productos alimenticios ha sido analizado por técnicas espectroscópicas tales como fotometría de llama, ICP (Inductively Coupled Plasma = Plasma de Acoplamiento Inductivo), AAS (Atomic Absorption Spectrometry = Espectrometría por Absorción Atómica), o por ISE (Ion Selective Electrode = Electrodo ion-selectivo), gravimetría o titulación. Los procedimientos espectroscópicos mencionados requieren previamente grandes diluciones de las muestras para obtener una concentración del analito dentro de un rango aceptable para las mediciones, y requieren una purificación cuidadosa de la muestra para evitar el bloqueo del nebulizador y la antorcha. Además, un importante obstáculo económico para los laboratorios más pequeños es la provisión y el mantenimiento de gas y el equipamiento de una campana extractora. Utilizando las mediciones con el electrodo ion-selectivo se deberán considerar las interferencias y los cambios en la actividad del ion sodio según la composición de la matriz de la muestra. Los procedimientos gravimétricos generalmente sufren del hecho, de que son consumidores de tiempo y demandan un alto grado de adiestramiento del analista.

Siendo una técnica analítica química, la titulación tiene una ventaja sobre los métodos espectroscópicos y del análisis de iones: Exhibe una respuesta

lineal a los cambios en la concentración del analito, en comparación a una logarítmica. Hasta hoy el principal método de titulación para determinar el sodio ha sido un análisis del contenido de cloruro por titulación argentométrica con nitrato de plata, e inferir el contenido de sodio mediante la relación estequiometría del cloruro sódico. Esta aproximación sufre de dos fuentes de errores significantes. Primero, no todo el sodio en los alimentos tiene el cloruro como contraión. Los productores añaden rutinariamente sales de sodio por muchas razones, por ejemplo como conservantes, estabilizadores, emulsionantes y potenciadores de sabores. Además, existen fuentes de sodio independientes del cloruro sódico en el propio alimento. Por ejemplo, una tendencia moderna es de sustituir una porción del aditivo cloruro sódico por cloruro potásico para mantener un nivel de “salinidad” en el perfil del sabor y a la vez reducir el impacto del sodio en el producto. Aun así, considerando su simplicidad, la determinación por titulación del sodio mediante el cálculo del contenido de cloruro se considera inaceptable. Se han propuesto procedimientos de titulación para la determinación del sodio mismo [1, 2], basados en la insolubilidad del acetato de uranilo, zinc y sodio, pero claramente, no se han encontrado favorecedores entre los usuarios a través de los años. Del mismo modo, no hay en uso un procedimiento rutinario complexométrico [3]. Sajó [4] propuso un método entalpimétrico de inyección directa para la determinación del sodio. Este método se basó en la precipitación exotérmica del NaK_2AlF_6 , denominado “elpasolite”, causando un aumento de la temperatura de la solución de ensayo, la cual es proporcional con la cantidad de sodio presente. Esta reacción:



es sencilla y sucede en condiciones estequiométricas, pero de la forma descrita, el procedimiento según Sajó es difícil y complejo, requiriendo medidas calorimétricas altamente precisas, el uso de ácido fluorhídrico y de crisoles de platino. No es adecuado para medidas rutinarias por operadores poco cualificados en muchos laboratorios de control de calidad de hoy en día. En contraste con los métodos de medidas entalpimétricas, la titulación termométrica es una técnica capaz de utilizar la propiedad casi universal del cambio de entalpía (temperatura) en las reacciones químicas de forma fácil. Las titulaciones termométricas se pueden automatizar fácilmente, y comparten con otras técnicas de titulación automáticas el uso de un sensor para detectar el punto final de la reacción. En el caso de la titulación termométrica el sensor es un termómetro. El elemento sensor de la temperatura es un termistor, un dispositivo de estado sólido que exhibe unos cambios relativamente grandes de su resistencia en función de la temperatura. El termistor forma un brazo de un puente de Wheatstone, y la señal análoga de salida se convierte en una digital, la cual es transferida mediante una interfaz electrónica a un ordenador para su procesamiento. La temperatura real de la solución es irrelevante, ya que solamente se requiere el sensor para detectar

el cambio de la temperatura en el punto final. Por esta razón, no es necesario calibrar el sensor. Además, el mantenimiento del sensor es mínimo, y puede ser almacenado entre titulaciones en seco. Es por ello una técnica apropiada para el uso en muchas aplicaciones para la industria. El reto era utilizar la química pionera de Sajó, y convertirla a un método volumétrico relativamente fácil, apto para el uso en procesos rutinarios y para el control de calidad en instalaciones de producción de alimentos. Se ha demostrado, que la única vía práctica es utilizar un valorante que contenga iones aluminio acompañado de iones potasio en una proporción de concentraciones de tal forma, que la relación molar $[\text{Al}]/[\text{K}]$ sea de 1:2,2, es decir, un exceso molar del 10 % por encima de la relación estequiométrica de 1:2 del NaK_2AlF_6 . El ion de aluminio Al^{3+} completamente disociado es el ion que opera en el valorante, y es él con el cual se estandariza el valorante. El exceso del ion fluoruro que se requiere para desplazar el equilibrio de la reacción hacia la derecha se proporciona en el valorante con bifluoruro amónico, $\text{NH}_4\text{F}\cdot\text{HF}$ o fluoruro amónico, NH_4F . Mientras que el $\text{NH}_4\text{F}\cdot\text{HF}$ cumple también la función de un búfer de la solución de valoración para un valor pH cerca de 3, el NH_4F puede ser utilizado en combinación con ácidos como clorhídrico, acético y tricloroacético dependiendo de las circunstancias de la preparación de la muestra, y puede ser preferido por algunos analistas.

Parte Experimental

Instrumentación

Las medidas de titulación termométrica se han realizado con un sistema de titulación termométrico Metrohm 859 Titrotherm (Herisau, Suiza) equipado con un sensor resistente al fluoruro, Thermoprobe 6.9011.040 de Metrohm. La titulación automatizada se ha realizado en recipientes de polipropileno colocados en la gradilla del procesador de muestras Metrohm 814 Sample Processor.

La preparación de la muestra incluye su pulverización y desintegración. Se utilizó un batidor de cocina, de “vaso invertido” para obtener muestras de tamaño adecuado para un muestreo representativo, y se utilizó un homogeneizador de alta frecuencia, Polytron PT300 D (Kinematica), para fluidizar la muestra y obtener una extracción máxima del analito.

Reactivos

Todos los reactivos eran del grado analítico.

Valorante: $c(\text{Al}^{3+}) = 0,5 \text{ mol/L}$, $c(\text{K}^+) = 1,1 \text{ mol/L}$, preparado a partir de nitrato de aluminio, $\text{Al}(\text{N}\cdot\text{O}_3)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y nitrato potásico, KNO_3 .

Búfer y reactivo acondicionador: $c(\text{NH}_4\text{F}\cdot\text{HF}) = 300 \text{ g/L}$ bifluoruro amónico, o alternativamente, $c(\text{NH}_4\text{F}) = 400 \text{ g/L}$ con fluoruro amónico.

Ajuste de pH, digestión de la muestra y ayudas de liberación de sodio: ácido acético glacial y ácido tricloroacético.

Disolventes: tolueno, acetona y agua desionizada.

Solución patrón: $c(\text{NaCl}) = 0,25 \text{ mol/L}$, preparado de cloruro sódico secado durante 4 horas a 110°C antes de prepararlo.

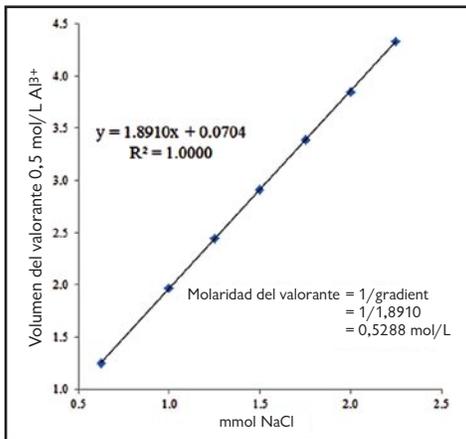


Figura 1: Ilustración del método del análisis de regresión para la determinación de la molaridad del valorante.

Estandarización del valorante

El valorante se estandariza frente a una solución patrón de sodio, preparada a partir de cloruro sódico. Se preparó un programa de titulación para dosificar automáticamente alícuotas crecientes del patrón de NaCl en los vasos de la gradilla del procesador de muestras. Cada vaso de titulación contenía 5 mL $c(\text{NH}_4\text{F}) = 400 \text{ g/L}$, 1 mg HCl concentrado, y agua desionizada añadidos de tal forma, que el volumen total del líquido (incluyendo la alícuota de NaCl) fuese de aproximadamente 30 mL. El programa de titulación automáticamente calculó la molaridad, el error sistemático de la determinación y el coeficiente de correlación de un análisis de regresión de los resultados. La figura 1 ilustra el proceso por el cual se calculan la molaridad y el error sistemático del valorante.

Este procedimiento garantiza la seguridad de que el método es lineal en el rango esperado de los valores de sodio a ser medidos, y también determina el error sistemático. El error sistemático incorpora todas las fuentes de errores inherentes en la determinación, incluso impurezas de sodio en los reactivos. El error sistemático es igual al valor de la intercepción de la relación lineal con el eje Y, y en este caso se calculó que son 0,070 mL.

Determinación del error sistemático

Para la estimación exacta por TET de los analitos en las muestras es importante determinar el error sistemático del análisis en las mismas condiciones que en el caso de la muestra bajo investigación. El error sistemático de una titulación abarca todos los errores inherentes en la determinación. Estos errores pueden incluir, en este caso (pero no limitados a ellos), trazas de sodio en los reactivos utilizados en la determinación, la diferencia entre el punto final determinado instrumentalmente y el obtenido teóricamente bajo condiciones de equilibrio, retrasos en la detección de cambios de temperatura en la solución, y retrasos en el procesamiento debido a los componentes electrónicos y el software del instrumento. En términos prácticos, el error sistemático solamente necesita ser determinado para cada tipo de muestra investigada durante la fase de preparación del sistema, mientras que no se cambien los parámetros posteriormente. La metodología es análoga al procedimiento de la estandarización del valorante descrito anteriormente. Se titulan un amplio rango de muestras emple-

ando las mismas cantidades de reactivos utilizadas para la preparación de muestras y del valorante mismo. Una representación gráfica de la cantidad de muestra (eje X) contra la cantidad del valorante consumido (eje Y) debería dar una relación lineal mediante un análisis de regresión. La intersección en el eje Y es equivalente al error sistemático del método. Se determinó el error sistemático para todas las muestras registradas, excepto en el caso del procedimiento de adición de patrón.

Preparación de la muestra

En este trabajo se trata el análisis de sodio en varios productos alimenticios. Hay como mínimo tres consideraciones evidentes en la preparación de la muestra para el análisis titulométrico:

El analito deberá estar liberado completamente de la matriz de la muestra, y debe encontrarse en una condición química, que pueda reaccionar con el valorante. El fluido que contenga el analito será lo suficientemente móvil, y no viscoso, de tal forma que se mezcle rápidamente con el valorante, asegurando al mismo tiempo que el ruido de la señal de la titulación no sea excesivo. Que los otros constituyentes, contenidos en la solución presentada para la titulación, no interfieran a la detección reproducible del punto final estequiométrico. Dado que las naturalezas físicas y químicas de los productos alimenticios varían enormemente, el analista deberá ser capaz de utilizar los detalles técnicos de la muestra para poder diseñar un procedimiento para la preparación de la muestra.

Determinación de sodio en leche y productos lácteos

El contenido de sodio es relativamente bajo en estos productos, por lo cual se modificó el procedimiento general. Se utilizó la técnica de adición de patrón, añadiendo un volumen fijo de una solución de sodio. Del valor obtenido de la titulación de la muestra más el valor del blanco, se sustrae el valor blanco de la adición del patrón.

Una alícuota de 100 mL de leche se pipetó en un matraz Erlenmeyer de 250 mL, el cual contenía 12,0 g de ácido tricloroacético y una barra magnética de agitación. Los contenidos del matraz se agitaron durante cinco minutos. La leche cuajada se pasó por un papel de filtración rápida. Una alícuota

de 25 mL del filtrado se tituló con el valorante $c(\text{Al}(\text{NO}_3)_3) = 0,5 \text{ mol/L}$, $c(\text{KNO}_3) = 1,1 \text{ mol/L}$ después de la adición automatizada de una solución de 3 mL $c(\text{NaCl}) = 0,25 \text{ mol/L}$ y 5 mL $c(\text{NH}_4\text{F}) = 40 \%$ (w/v). Tenga en cuenta que la alícuota ha sido tomada de una solución cuyo volumen original ya fue aumentado por la adición del ácido tricloroacético. Este incremento del volumen debe ser tenido en cuenta al calcular el volumen real de la muestra original de la leche titulada.

Experimentalmente se confirmó, que la disolución de 12 g ácido tricloroacético en 100 mL de agua aumentó el volumen de la solución a 106 mL. Por eso, por ejemplo, una alícuota de 25 mL del filtrado o centrifugado era equivalente a $25 \times 100/106 = 23,58 \text{ mL}$ de la muestra de leche original. La tabla 1 enumera los resultados obtenidos en el laboratorio del autor T. Smith, así como aquellos resultados obtenidos por un colega trabajando en otro laboratorio y utilizando la misma metodología.

Determinación de sodio en fideos “2 Minutos” e “Instantáneos”

Los fideos “2 Minutos” son un tentempié popular. Para prepararlo para su consumición, se introduce una porción en un recipiente de plástico y se le añade agua hirviendo. Antes de consumirlo, se le añaden los contenidos de un sobre con condimentos, y se mezcla. Un análisis correcto del contenido total de sodio, requiere que se determinen por separado los contenidos de sodio tanto de los fideos como del condimento, para posteriormente combinar matemáticamente los valores de acuerdo con sus masas respectivas de los componentes. Además del cloruro sódico, otras fuentes de sodio están presentes en el producto. La siguiente lista de sales de sodio se ha encontrado en la etiqueta de una marca de fideos de “2 Minutos”, vea la tabla 2.

Análisis de tortas de pasta seca

Se pesó y documentó la masa completa de la torta de pasta. Entonces se desmenuzó manualmente para introducirla completamente en un recipiente apto para una batidora manual, con la cual se redujo el tamaño de las partículas a la consistencia de la harina gruesa. Esta harina se depositó sobre una hoja de papel limpio, sobre la cual se separó en cuartos para obtener unas sub-muestras representativas. Aproximadamente 2,5 g de la muestra se pesaron exactamente en un recipiente de polipropileno de 75 mL para la titulación, y se le añadieron 10 mL de la solución de 300 g/L de ácido tricloroacético. La suspensión se dejó reposar por algunos minutos, posteriormente se le añadieron 10 mL de acetona, y la suspensión se homogeneizó con un homogeneizador de alta frecuencia a 20.000 rpm. El eje del homogeneizador se lavó con aproximadamente 5 mL de una mezcla de acetona:agua 1:1, sobre el mismo vaso de titulación. Se usó la acetona para reducir el hinchamiento de los granos de almidón, mantener la movilidad del fluido y facilitar la mezcla durante la titulación. La suspensión fue titulada con el valorante $c(\text{Al}(\text{NO}_3)_3) = 0,5 \text{ mol/L}$, $c(\text{KNO}_3) = 1,1 \text{ mol/L}$ tras la adición automática de 5 mL de la solución $c(\text{NH}_4\text{F}) = 400 \text{ g/L}$.

Análisis de la bolsa de condimentos

Se pesó y documentó la masa completa del contenido de la bolsa de condimentos. Entonces se transfirió cuantitativamente a un matraz aforado de 500 mL, el cual se enrasó con agua desionizada, y

Tabla 1: Análisis del contenido total de sodio por TET en leche de soja y leche bovina.

Muestra	Na [mg/100g]	
	Valor medio declarado en la etiqueta	Determinada por TET
Leche de soja #1	25	24,9 ± 0,2 (n = 7)
Leche de soja #2	44	65,1 ± 0,1 (n = 8)
Leche de soja #3	60	61,2 ± 0,81 1 (AAS = 62,02)²
Leche bovina	40	44,4 ± 0,41 1

Notas (1) y (2): Los resultados fueron suministrados por colegas de otro laboratorio.

Tabla 2: Códigos de aditivos alimentarios como fuentes de sodio contenidos en fideos “2 Minutos”.

Código	Fuente de sodio
-	Cloruro sódico
451	Trifosfato de sodio
500	Carbonatos sódicos
621	Glutamato monosódico
635	Ribonucleótidos disódico

se agitó vigorosamente. Para eliminar los sólidos, los cuales podrían bloquear las pipetas volumétricas utilizadas para extraer las alícuotas, se filtró el contenido del matraz con un papel de filtro de flujo rápido. Se pipeteó una alícuota de 20 mL de la solución al vaso de titulación de polipropileno, de 75 mL, y adicionaron 2 mL de ácido clorhídrico concentrado. El programa de titulación automatizada añadió 5 mL de la solución $c(\text{NH}_4\text{F}) = 400 \text{ g/L}$ antes de la titulación con el valorante de $c(\text{Al}(\text{NO}_3)_3) = 0,5 \text{ mol/L}$, $c(\text{KNO}_3) = 1,1 \text{ mol/L}$. El contenido total de sodio del paquete del snack se calculó a partir de los contenidos de sodio y las masas de los componentes. En la tabla 3 se comparan los valores obtenidos del análisis del fabricante y los determinados mediante el análisis por TET.

Se desconoce por qué método han determinado los fabricantes la media de los valores totales de los productos, pero se puede observar, que si se sustrae el valor del sodio de la masa de pasta de los resultados obtenidos por TET, los resultados TET estarían en mayor concordancia. Se ilustran en las figuras 2 y 3 los trazados típicos de las titulaciones para el análisis de sodio en la masa comprimida de la pasta y la bolsa de los condimentos. El punto de inflexión de la curva de la temperatura en el análisis de sodio equivale al punto final. Este punto se determina exactamente mediante la segunda derivada de la curva de los valores de la temperatura de la solución, suavizada digitalmente. El grado del suavizado digital puede ser ajustado en el software de titulación.

Determinación de sodio en quesos elaborados

Los productos a base de quesos como los quesos elaborados pueden contener diversas sales de sodio, además del cloruro sódico que han sido añadidos durante la producción para obtener un producto con las características deseadas. En estos quesos se combinan proteínas, grasas y agua para formar una masa homogénea, lo cual implica que se deberá prestar especial atención de liberar com-

pletamente el ion de sodio de la matriz. Se compraron para este ensayo quesos rallados y en lonchas de varios fabricantes. Basado en el contenido declarado de sodio de las muestras, se pesaron entre 2 y 5 g de queso rallado o en lonchas en un vaso de polipropileno de 75 mL para la titulación. Para ayudar a la liberación del sodio, se añadieron 10 mL de 300 g/L ácido tricloroacético, junto con 10 mL de agua desionizada. La muestra fue dispersada durante 30 segundos a 20.000 rpm con un homogeneizador de alta frecuencia. El resultado fue un fluido lechoso. Para prevenir un deterioro del instrumento de titulación, se añadieron 5 mL de tolueno para agilizar la disolución de la grasa. La muestra se sometió a otros 30 segundos de homogeneización. Finalmente, el eje del homogeneizador se lavó cuidadosamente con aproximadamente 10 mL de agua desionizada, sobre el vaso de titulación.

Al comienzo del programa de la titulación automatizada, se añadieron 5 mL de la solución $c(\text{NH}_4\text{F}) = 400 \text{ g/L}$. La titulación se llevó a cabo con el valorante estandarizado $c(\text{Al}(\text{NO}_3)_3) = 0,5 \text{ mol/L}$, $c(\text{KNO}_3) = 1,1 \text{ mol/L}$. En la tabla 4 se presentan la comparación entre los valores medios aportados por el fabricante y los valores encontrados por la TET.

Ya que los valores citados por los fabricantes se pueden considerar solamente como valores medios, y se puede esperar que varíen de acuerdo al grado de control de los procesos impuestos, tres de las cuatro muestras exhibieron un sesgo positivo al ser analizado por TET. También se consideró la posible interferencia por otros iones, que forman compuestos similares al "elpasolite" NaK_2AlF_6 . El calcio es un componente importante de productos lácteos. También se sabe que calcio forma el KCaAlF_6 , un compuesto del tipo "elpasolite". El ácido tricloroacético es conocido por su capacidad de liberar calcio debido a su efecto desnaturalizador en caseinato cálcico, y ha sido utilizado con este fin para la determinación de calcio en productos lácteos. Por lo tanto el calcio tiene el potencial de interferir en la determinación de sodio por el método TET "elpasolite".

Se diseñó un experimento, en el cual se añadieron cantidades crecientes de calcio a una cantidad fija

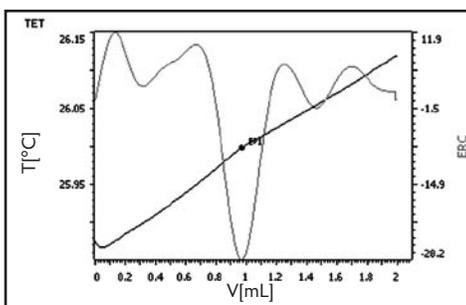


Figura 2: Trazado de la titulación TET de sodio en pasta de fideo seco en "2 Minutos" snack.

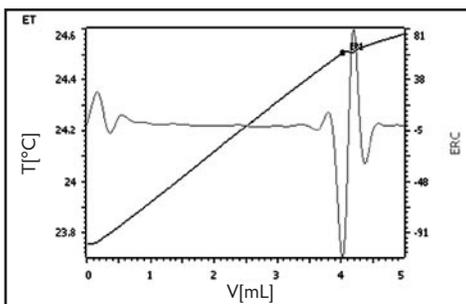


Figura 3: Trazado de la titulación TET de sodio en la bolsa de condimentos "2 Minutos".

Tabla 3: Comparación de los valores medios declarados por el productor con los valores analizados por TET.

Componente	Na [mg/100g]	
	Valor medio declarado en la etiqueta	Analizado por TET
Pasta de fideos secos	—	273 ± 5 (n = 8)
Bolso sabor carne	—	984 ± 3 (n = 5)
Bolso sabor pollo	—	1228 ± 4 (n = 5)
Total sabor carne	1025	1256
Total sabor pollo	1255	1501

Tabla 4: Comparación de valores medios declarados por el productor con los valores analizados por TET.

Muestra de queso	Na [mg/100g]	
	Valor medio declarado en la etiqueta	Analizado por TET
Parmesan rallado	1060	986 ± 3 (n = 5)
Queso "Sabroso" rallado	610	732 ± 5 (n = 5)
Lonchas de Queso "Light"	600	684 ± 3 (n = 5)
Lonchas de Queso "Colby"	668	725 ± 9 (n = 5)

de sodio, siendo ambas soluciones dosificadas por buretas automáticas de precisión. Las cantidades de calcio (en forma de CaCl_2) desde 0 hasta 2,5 mmol fueron dosificadas a una solución de 1,25 mmol de sodio en forma de NaCl , y posteriormente tituladas con el valorante $c(\text{Al}(\text{NO}_3)_3) = 0,5 \text{ mol/L}$, $c(\text{KNO}_3) = 1,1 \text{ mol/L}$, después de haber añadido 2 mL de HCl concentrado y 5 mL de la solución $c(\text{NH}_4\text{F}) = 400 \text{ g/L}$. La figura 4 ilustra el efecto del aumento de la relación molar $[\text{Ca}]/[\text{Na}]$ sobre el error en la determinación del contenido de sodio en la solución.

Puede ser observado que hasta que se alcance la relación molar de $[\text{Ca}]/[\text{Na}]$ de aproximadamente 0,5, existe un efecto despreciable sobre la determinación del valor de sodio. Posteriormente, el incremento es aproximadamente lineal. Para darle un contexto apropiado a estos resultados, se calcularon las relaciones molares de $[\text{Ca}]/[\text{Na}]$ para una selección aleatoria de quesos comerciales mediante los valores medios impresos sobre sus etiquetas. Estos valores se enseñan en la tabla 5.

Refiriéndose a la tabla 5 y a la figura 4, se puede observar que la relación molar más alta de $[\text{Ca}]/[\text{Na}]$ causa un error, en el valor del contenido del sodio determinado, de aproximadamente 1 %. Esto fácilmente estaría dentro de las variaciones del valor de sodio durante la producción, y una decisión podría tomarse en que simplemente se pueda despreciar esta desviación durante un control de procesos rutinario. Un ensayo para determinar las recuperaciones en el análisis de sodio en quesos elaborados fue realizado por un colega trabajando en un tercer laboratorio. Se añadieron cantidades conocidas de cloruro sódico a una muestra de una crema de queso para untar previamente analizada. Las recuperaciones analíticas abarcaban valores del 99,5 % hasta 102,6 %, valores de siete determinaciones separadas con una media de recuperación del 100,0 %.

Determinación de sodio en conservas de pescado

Los "Snack packs" de conservas de pescado son una merienda muy popular. Desde el punto de vista de preparación de la muestra, es necesario de liberar todo el sodio de la matriz, que posee un alto contenido de proteínas. En este caso, se transfirió el contenido íntegro de una lata de conservas de pescado al recipiente de una batidora de cocina, que había sido previamente lavada con agua desionizada y secada. El producto de pescado fue batido hasta que se obtuvo una masa homogénea y suave, y en la cual el agua no se separaba. Se pesaron aproximadamente 10 g de esta masa homogénea en un vaso de polipropileno de 75 mL para la titulación, a la cual se adicionó una solución con 15 mL de agua desionizada y 5 mL de ácido tricloroacético $c(\text{CCl}_3\text{COOH}) = 300 \text{ g/L}$. El contenido del recipiente se sometió a una homogeneización de alto cizallamiento a 20.000 rpm durante 60 segundos. El eje del homogeneizador se lavó cuidadosamente con un mínimo de agua desionizada recogiendo-la en el vaso de titulación, el cual posteriormente se colocó en la gradilla del procesador automático de muestras. El programa de titulación automática arrancó con la dosificación de la solución $c(\text{NH}_4\text{F}) = 400 \text{ g/L}$ de fluoruro amónico, seguido por la titulación con la solución $c(\text{Al}(\text{NO}_3)_3) = 0,5 \text{ mol/L}$, $c(\text{KNO}_3) = 1,1 \text{ mol/L}$. Los resultados del análisis se muestran en la tabla 6.

Tabla 5: Relación molar [Ca]/[Na] en algunos quesos comerciales.

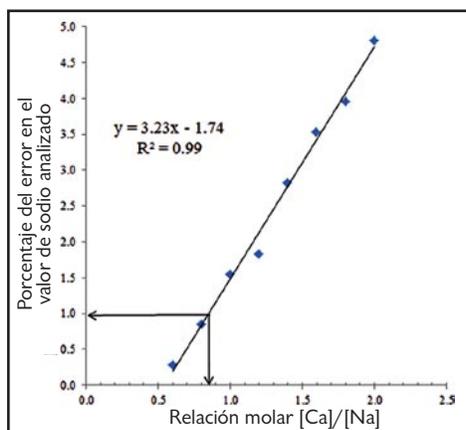
	Na [mg/100 g]	Ca [mg/100 g]	[Ca]/[Na]
Parmesan rallado	1000	550	0,32
Queso "Sabroso"	640	732	0,66
Lonchas "Suizo"	470	600	0,73
Mozzarella	475	700	0,85

Tabla 6: Análisis de embutido de atún del contenido de sodio por TET.

Muestra	Na [mg/100g]	
	Valor medio declarado en la etiqueta	Analizado por TET
Atún en trozos en agua de manantial	253	236 ± 2,1 (n = 5)

Conclusión

Los ejemplos ilustrados aquí no son exhaustivos del rango de la técnica. Otros productos alimenticios que han sido analizados con éxito incluyen bocaditos secos tales como patatas fritas y maíz, galletas saladas, pretzels, salsas, sopas y adobos, así como el sodio en el líquido sobrenadante en la producción de margarina. El límite práctico de detección de este procedimiento se rige por la cantidad de muestra que puede ser procesada y pre-

**Figura 4:** Efecto de la relación molar de [Ca]/[Na] sobre el error en los valores determinados de contenido de sodio en porcentajes.

sentada al instrumento para el análisis, y que el contenido de sodio en la mayoría de alimentos fabricados quede dentro del rango de análisis. La aplicación del procedimiento depende en la habilidad de diseñar un procedimiento apto de preparación de la muestra para liberar el sodio de la matriz de la muestra, de tal forma, que pueda ser titulada fiablemente. La titulación misma es robusta y fiable.

Agradecimiento

Los autores desean agradecer a Darina Mestman Rosen de Dr. Golik Chemical Instrumentation, Israel, y Angelika Kilast de Deutsche Metrohm GmbH & Co., KG, Alemania, por poner a disposición algunos de los resultados analíticos utilizados en esta publicación.

Referencias

- [1] Sen, B. (1957) Indirect complexometric titration of sodium and potassium with EDTA. *Fresenius' Zeitschrift für Analytische Chemie*, 157, 2-6.
- [2] Dobbins, J.T. and Byrd, R.M. (1931) A volumetric method of determining sodium. *Journal of the American Chemical Society*, 53, 3288-3291 <http://dx.doi.org/10.1021/ja01360a011>
- [3] Carr, J.D. and Swartzfager, D.G. (1970) Complexometric titration for the determination of sodium ion. *Analytical Chemistry*, 42, 1238-1241. <http://dx.doi.org/10.1021/ac60293a025>
- [4] I. Sajó. (1969) *Magyar Kemiai Folyoirat*, 75, 1-3.

Thomas Smith^{1*}, Christian Haider²

¹Antom Technologies Pty Ltd., Brisbane, Australia;
*Corresponding Author: labrat@antomtechnologies.com

²Titration Competence Center, Metrohm AG, Herisau, Switzerland

Metrohm, Suiza

Anote el 214-320