

LA MINERALIZACION DE MUESTRAS VEGETALES PARA EL ANALISIS DE MINERALES POR ESPECTROFOTOMETRIA Y COLORIMETRIA

Por A. Calleja

INTRODUCCION

Uno de los primeros y principales problemas con los que se encuentra el investigador al intentar conocer la composición mineral de los vegetales es, precisamente, la elección de la técnica más idónea de mineralización de la muestra a analizar.

Desde siempre ha habido defensores de la digestión de la muestra por vía húmeda frente a los que prefieren la calcinación, sin tener aún hoy la certeza de cuál de las dos es la mejor. Por otro lado, dentro de cada uno de estos procedimientos de ataque, se dan un gran número de variantes, como se muestra con una pequeña revisión bibliográfica^{1, 2, 4, 5}, algunas de ellas muy laboriosas y lentas.

Dado que lo que se busca al introducir cualquier técnica, es exactitud, versatilidad y rapidez, en este trabajo se pretende exponer una técnica rápida (45-60 minutos) de digestión de muestras vegetales por vía húmeda para la determinación de minerales, y compararla con la ordinaria obtención de cenizas³.

MATERIAL Y METODOS

Ataque vía húmeda:

Partiendo de una muestra vegetal finamente molida, se pesa 1 g de la misma y se introduce en un matraz micro-Kjeldahl de 100 ml de capacidad, al cual se añade 1 ml de ácido sulfúrico concentrado, 2 ml de ácido perclórico al 60 % y 5 ml de ácido nítrico concentrado, colocándolo a continuación, previa una ligera agitación, en una fuente de calor provista de termostato.

An. Fac. Vet. León, 1978, 24, 175-177.

Dada la facilidad con que el ácido perclórico explota, el comienzo del ataque debe hacerse a temperatura no muy elevada, aproximadamente 90°C, y se mantiene así hasta la total desaparición de los vapores nitrosos. Una vez conseguido esto se va aumentando paulatinamente la temperatura hasta un máximo que se alcanza aproximadamente a los 45 minutos desde el comienzo de la digestión. Este tiempo, como es lógico, varía de unas muestras a otras, dándose por finalizado el ataque cuando el líquido deja de hervir.

Una vez frío se lavan cuidadosamente las paredes del matraz con pequeñas porciones de agua desmineralizada, y se llevan a uno aforado de 50 ml de capacidad. A partir de esta solución madre se pueden realizar las determinaciones de los elementos minerales deseados, bien directamente de la solución, sodio, potasio y todos los microelementos, o bien por dilución de partes alícuotas, como en el caso de los macroelementos. De estos cabe destacar que, en el análisis de calcio y magnesio, es necesario añadir a las muestras cloruro de estroncio para evitar interferencias aniónicas, y que el fósforo es determinado por colorimetría³.

El ataque por vía seca ha sido realizado con la técnica que normalmente venimos utilizando en nuestro laboratorio³.

RESULTADOS

En la Tabla I se dan los resultados de los análisis efectuados sobre una misma muestra de grano de maíz, atacada por vía seca y húmeda y en la que se han determinado cinco elementos (K, Na, Fe, Cu y Zn). Los datos que se ofrecen son los valores medios de cinco repeticiones, calculando siempre la desviación típica, el coeficiente de variación y comparando las medias con la prueba «t» de Student.

TABLA I
Comparación del contenido mineral del maíz en grano mineralizado por vía seca y húmeda

	Potasio (%)	Sodio (%)	Hierro ppm	Cobre ppm	Zinc ppm
Vía seca	0,2688	0,0029	33,20	2,80	31,11
D.S.	0,0098	0,0008	3,81	1,67	3,83
C.V.	3,40 %	10,61 %	11,49 %	23,66 %	12,34 %
Vía húmeda	0,2854	0,0035	52,40	5,80	40,80
D.S.	0,0020	0,0003	1,35	0,40	5,19
C.V.	1,66 %	5,40 %	2,58 %	6,89 %	12,72 %
Valor «t»	24,73	10,32	7,35	2,68	3,95
Grado de significa.	**	**	**	*	**

D.S. Desviación típica.
C.V. Coeficiente de variación.
* Significativo al 5 %.
** Significativo al 1 %.

Los análisis han sido realizados en un espectrofotómetro de absorción atómica modelo Perkin Elmer 300 S.

DISCUSION

Observando los resultados obtenidos con el ataque por vía seca y húmeda, podemos apreciar cómo se encuentran valores más altos, en todos los elementos determinados, cuando se utiliza la vía húmeda, lo que puede ser debido a que en la calcinación, al disolver las cenizas por medio del ácido, pueden producirse pérdidas.

Al comparar estos dos métodos (vía seca y húmeda) HOOVER⁴, aunque con técnicas que difieren sensiblemente de las aquí expuestas, encontró las mismas diferencias que nosotros.

Las ventajas fundamentales de la digestión es, además de la exactitud del método, la rapidez, ya que el ataque de la muestra dura solamente 60 minutos.

RESUMEN

Se describe un método de digestión, para el análisis de minerales, de muestras vegetales por vía húmeda y se hace una comparación de éste con los valores obtenidos por vía seca. Se observa una mayor variabilidad en los resultados cuando se utiliza esta vía de ataque.

SUMMARY

A wet digestion method for the determination of metals in vegetables samples is described. A comparison is made with dry-ashing method, and the statistical study show the dry-ashing is more variable than the wet digestion.

BIBLIOGRAFIA

- 1) ABRISQUETA, C., ROMERO, M. (1969).—Digestión húmeda rápida de suelos y materiales orgánicos. *Anal. Edafol. Agrob.*, **28**: 855-867.
- 2) ADRIAN, W. J. (1973).—A comparison of a wet-pressure digestion method with other commonly used wet and dry-ashing methods. *Analyst*, **98**: 213-216.
- 3) CALLEJA SUÁREZ, A. (1976).—Contenido mineral y variaciones producidas por la fertilización en plantas aisladas y henos de prados permanentes de la Comarca del Porma (León). *An. Facul. Veterinaria de León*, **22**: 597-681.
- 4) HOOVER, W. L. (1976).—Comparison of wet ash and dry ash methods for the digestion of mineral mix feeds. *J. Ass. Offic. Anal. Chem.*, **59**: 937-938.
- 5) *Official Methods of Analysis* (1975).—12th Ed. AOAC, Washington, DC.