

Director: R. GARCIA-VILLANOVA

"CONTROL ANALITICO DEL PLOMO EN ALIMENTOS  
CONSERVADOS. II. INVESTIGACION Y DETERMINACION EN  
CONSERVAS DE ORIGEN VEGETAL"

por

A. CABALLERO PLASENCIA, M.<sup>a</sup> C. LOPEZ MARTINEZ y  
R. GARCIA-VILLANOVA

RESUMEN

Se ha determinado el plomo por un método espectrofotométrico en diferentes alimentos envasados. Los resultados obtenidos muestran que las conservas de guisantes y maíz contienen niveles de plomo de hasta 0,40 ppm y 0,46 ppm.

La contaminación por plomo se debe principalmente a la mala calidad de la hojalata del envase y/o al proceso de preparación.

SUMMARY

Lead has been determined for a spectrophotometric method in different canned foods. The results obtained show that the canned goods of peas and corn contain levels of lead up to 0,40 ppm and 0,46 ppm.

The contamination of lead is mainly owing to the bad quality of the tin plate of the botting and/or to the manufacturing process.

RESUME

On a déterminé le plomb par une méthode spectrophotométrique dans différents aliments conservés. Les résultats obtenus montrent que les conserves de petits pois et maïs contiennent des niveaux de plomb jusqu'à 0,40 ppm et 0,46 ppm.

La contaminación avec du plomb est due principalement a la mauvaise qualité du fer blanc de la boîte et/ou au procès de préparations.

## INTRODUCCION

En nuestro trabajo  
plomo  
dos). En el presente resumiremos los resultados encontrados en  
conservas

La presencia de plomo en estos alimentos ha sido puesta de manifiesto por SPAULDING (2), que asegura se debe en ocasiones a residuos de pesticidas.

TAKEDA y col. (3) han estudiado la presencia de plomo en vegetales y frutas y DUGGAN y col. (3) han determinado este catión en otros productos comestibles. Asimismo, DONOVAN y col. (5) miden la contaminación en animales, plantas, alimentos y aguas de bebida en la zona del Oeste de Irlanda. En otros países han sido realizados estudios similares como en el Norte de Alemania por RATHJEN y col. (6), en la zona industrial de Zerjav (Yugoslavia) por KERIN (7) y en el Oeste de Canadá por JOHN (8). GRAHAM y col. (9) han determinado plomo en hierbas usadas como pasto procedentes de áreas suburbanas del Norte de California y STEH y col. (10) en el té de la India.

En los zumos de frutas y cervezas se ha determinado el plomo por SNODIN (11). ZURLO y col. (12) lo han investigado en cervezas consumidas en Milán y BONNE MAIRE (13) en vinos.

Como ya indicamos en nuestro trabajo citado (1), la mayoría de las legislaciones extranjeras consideran que el contenido de plomo en los alimentos no debe ser superior a 0,3 ppm.

En este trabajo, hemos determinado el contenido de plomo en alimentos enlatados adquiridos en el comercio granadino, aunque casi todos de procedencia nacional. Todos los datos obran en nuestro protocolo. Razones de discreción nos obligan a omitirlos en la presente publicación.

## PARTE EXPERIMENTAL

### *Material*

Espectrofotómetro UV, Hitachi-Perkin-Elmer, mod. 124 con registro gráfico de igual marca mod. 165.

Medidor de pH, Radiometer mod. pH 26 con electrodo de vidrio y calomelanos saturado.

Horno Heraeus, mod. MR 170.

Balanza analítica, Mettler mod. H10.

### *Reactivos y disoluciones empleadas*

*Disolución patrón de nitrato de plomo.*—1,6 g de nitrato de plomo Probus (R.A.) se disuelven en agua destilada hasta 1.000 ml. Se titula con EDTA.

*Disolución de amoníaco 0,88 M.*—55,3 ml de disolución de amoníaco Probus ( $d = 0,923$ ) se completan con agua destilada hasta 1.000 ml.

*Disolución de ácido clorhídrico 5 M.*—437 ml de disolución ClH, Probus ( $d = 1,18$ ) se diluyen con agua destilada hasta 1.000 ml.

*Disolución de*  
en agua destilada hasta 100 ml.

*Disolución de metabisulfito sódico.*—1,25 g de metabisulfito dico Panreac, se disuelven en agua destilada hasta 100 ml.

*Disolución de ditizona.*—0,05 g de difeniltiosemicarbazona U.C.B. se disuelven en tetracloruro de carbono hasta 100 ml.

*Disolución*  
marca Panreac,

*Disolución de citrato amónico.*—25 g de citrato amónico, Probus, se disuelven en agua destilada hasta 100 ml.

*Disolución de cianuro potásico.*—10 g de CNK, Panreac, se disuelven en agua destilada hasta 100 ml.

*Disolución hidroxilamina.*—20 g de hidroxilamina Merck, se disuelven  
100 ml.

*Disolución de sulfito-cianuro amoniacal.*—1,5 g de sulfito sódico, 3 g de cianuro potásico y 340 ml de amoníaco 0,88 M se disuelven en agua destilada hasta 1.000 ml.

### METODO GENERAL

Se ha seguido el método citado por PEARSON (14), con las siguientes modificaciones personales para muestras que contienen relativamente altas cantidades de  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  y  $\text{PO}_4^{3-}$ .



Las muestras se calcinan a menos de 500° y las cenizas se alcalinizan con amoníaco 0,88 M, posteriormente se le añade ácido clorhídrico 5 M hasta que el medio se haga ácido. Agregar 10 ml más de ácido clorhídrico, calentar a 60°, añadir 2 ml de disolución de yoduro sódico al 20 por ciento y reducir el yodo libre con 2 ml de disolución reciente de metabisulfito sódico al 1,25 por ciento, enfriar y posteriormente añadir ácido clorhídrico 1 N hasta conseguir un volumen 50-75 ml.

Agregar 10 ml, exactamente 1 por ciento (solución reciente), agitar durante treinta segundos y una vez transcurrido este tiempo transferir la capa inferior a un matraz y lavar la capa acuosa dos veces con tetracloruro de carbono (sin mezclar). Extraer de nuevo con 10 ml de carbamato, reuniendo los lavados y las extracciones obtenidas. Añadir 2 ml de ácido sulfúrico diluido obtenido agregando en un tubo de ensayo 1 ml de agua y 1 ml de ácido sulfúrico. Evaporar todo el tetracloruro de carbono y añadir posteriormente 0,5 ml de perclórico. Calentar hasta que la solución se ponga fuertemente humeante, enfriar y añadir 10 ml de agua y 5 ml de ácido clorhídrico 5 M, hervir durante 1 minuto, enfriar, añadir 2 ml de disolución de citrato amónico al 25 por ciento, conseguir un pH = 9-9,5 con amoníaco 0,88 M. Agregar 1 ml de disolución de cianuro potásico al 10 por ciento, y si la muestra contiene mucho hierro añadir también 1 ml de disolución de hidroxilamina hidroc্লórica al 20 por ciento.

En una ampolla de decantación se añaden 30 ml de disolución de cianuro-sulfito amoniacal, 10 ml de tetracloruro de carbono, 0,6 ml de ditizona al 0,05 por ciento y la disolución obtenida anteriormente, donde suponemos existen trazas de plomo.

Se mide la absorción a 520 nm, poniendo como blanco tetracloruro de carbono.

En la Tabla I se consignan los resultados encontrados en las muestras de verduras conservadas y que corresponden a la media de 5 determinaciones concordantes.

Las desviaciones típicas se han calculado sobre 12 determinaciones. En todos los casos se ha partido de 30 g de muestra siguiendo el método ya indicado.

TABLA I

Conservas de verduras	Absorbancia 520 nm	ppm de Pb en muestra	Desviación típica $\sigma$
Guisantes	0,46	0,40	$\pm 0,020$
Zanahorias	0,41	0,34	$\pm 0,010$
Tomates	0,32	0,21	$\pm 0,010$

En la Tabla II se exponen los resultados de las muestras de frutas, tubérculos y semillas analizadas y en las que se han encontrado cantidades medibles de Pb. Se ha partido igualmente de 30 g de muestra y se ha seguido en la expresión de los resultados el criterio indicado anteriormente:

TABLA II

Conservas	Absorbancia 520 nm	ppm de Pb en muestra	Desviación típica $\sigma$
Maíz en grano	0,50	0,46	$\pm 0,012$
Patatas	0,40	0,32	$\pm 0,004$
Peras	0,41	0,34	$\pm 0,010$
Cabello de angel	0,46	0,40	$\pm 0,011$

Se han analizado, además de las muestras consignadas en las Tablas I y II, las siguientes conservas vegetales: habas, espárragos, espinacas, alcachofas, champiñones, macedonia de verduras, menestra de verduras, judías verdes, pimientos, remolacha, piña, ciruelas, guindas, mermelada de naranja, manzanas, macedonia de frutas, melocotón y fresas. No se han encontrado en ellas cantidades perceptibles de plomo, sólo en algunas indicios inferiores a 0,1 ppm. Se ha seguido en todos los casos el método general con cantidades crecientes de muestra (10, 20 y 30 g).

#### DISCUSION DE LOS RESULTADOS

En las conservas de origen vegetal analizadas se han encontrado cantidades de Pb que rebasan sensiblemente las cifras dadas

como máximas en las muestras de guisantes, maíz en grano y caballo de angel.

Las muestras de zanahorias, patatas y peras contienen cantidades de plomo próximas a los límites tolerados.

El resto de las muestras estudiadas no presentan cantidades de plomo perceptibles y en la mayoría de los casos, la concentración de este catión es inferior a 0,1 ppm.

Se aprecia en las conservas de origen vegetal estudiadas, menor cantidad de plomo que en las de origen animal.

El método seguido es adecuado por su exactitud y sensibilidad, ya que permite determinar concentraciones desde 0,20 ppm.

Se puede concluir, por el estudio realizado, que la presencia de plomo en las muestras puede ser debida a la mala calidad del envase. Igualmente, no se puede descartar una contaminación en los procesos industriales a causa del utillaje utilizado.

#### BIBLIOGRAFIA

- 1.—R. GARCIA-VILLANOVA, M.<sup>a</sup> C. LOPEZ MARTINEZ y A. CABALLERO: *Medicamenta*, 48, 9 (1976).
- 2.—SPAULDING, J. E.: *Proc. Meat. Ind. Res. Conf.* 11, (1972).
- 3.—TAKEDA, M.; ORSUKI, K.; SEKITA, H.; TANABE, H.; TAKAHASHI, N.; TSUCHIYA, T.: *Chem. Abstr.*, 76, 7, 139176 (1972).
- 4.—DUGGAN, R. E.; LIPSCOME, G. A.; COX, E. L.; HEATWOLE, R. E.; KLING, R. C.: *Pestic. Monit. J.*, 5, 2, 73 (1971).
- 5.—DONOVAN, P. P.; FEELEY, D. T.; CANAVAN, P. P.: *I. Sci. Food. Agr.*, 20, 1, 43 (1969).
- 6.—RATHJEN, B.; STELTE, W.: *Ernaehr Umschm*, 21, 8, 239 (1974).
- 7.—KERIN, D.; KERIN, Z.: *Nova Proizvod*, 25, 1, 23 (1974).
- 8.—JOHN, M. K.: *Environ. Eci. Technol.*, 5, 12, 1199 (1971).
- 9.—GRAHAM, D. C.; KALMAN, S. N.; *Environ Pollut*, 7, 3, 209 (1974).
- 10.—SETH, T. D.; HASAN, M. Z.; SIRCAR, S.: *Bull. Environ. Contam. Toxicol.*, 9, 2, 124 (1973).
- 11.—SNODIN, D. J.: *J. Ass. Pub. Anal.*, 11, 2, 47 (1973).
- 12.—ZURLO, N.; GRIFFINI, A. M.: *Proc. Int. Symp. Environ. Health. Aspects Lead*, 93 (1973).
- 13.—BONNE MAIRE, J. P.; TEP, A.; BRUNS, TEP. Y.: *Trav. Soc. Pharm. Montpellier*, 33, 1, 57 (1973).
- 14.—PEARSON, D.: *The Chemical Analysis of Foods*. Pág. 88. J. & A. Churchill. London (1970).