

## Determinación de minerales y caracterización físico-química de la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia*) (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka)

Determination of minerals and physic-chemical characterization of Tahiti lime pulp (*Citrus x latifolia*) (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka)

Determinação de minerais e caracterização físico-química da polpa de limão Tahiti (*Citrus x latifolia*) (Yu. Tanaka) Yu.Tanaka)

Delia Margarita Pérez Romero<sup>1</sup>, Laura Rolymags Soto Arrieta<sup>1\*</sup>, Víctor Alberto Granadillo Morán<sup>2</sup>, Jorge Luis Peña Santana<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratorio de Alimentos, Departamento de Química, Facultad Experimental de Ciencias, Universidad del Zulia. Maracaibo, Venezuela. CP. 4012. <sup>2</sup>Laboratorio de Instrumentación Analítica, Departamento de Química, Facultad Experimental de Ciencias, Universidad del Zulia. Maracaibo, Venezuela. CP. 4012.

### Resumen

Las frutas y hortalizas se caracterizan por poseer un alto contenido de minerales, con funciones específicas en el funcionamiento metabólico, es por ello que se llevó a cabo la determinación de minerales en la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia*) (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka) con el fin de promover la elaboración de alimentos fortificados. Se caracterizó físico-químicamente la pulpa (endocarpio) de lima Tahití, estableciendo valores de pH (2,55), acidez titulable (6,18 g·100 mL<sup>-1</sup>); sólidos solubles (8,80 °Brix), sólidos totales (10,37%) y vitamina C (41,29 mg·100 mL<sup>-1</sup>). La determinación de minerales en la pulpa se llevó a cabo empleando espectrometría de absorción atómica con llama. Se evaluaron los métodos analíticos empleados mediante curvas de calibración, repetibilidad y reproducibilidad analítica, estudio de recuperación y adición estándar, estableciendo que los métodos espectrométricos resultaron precisos, exactos y libres de interferencias no espectrales. El contenido de minerales en el fruto en base húmeda (mg·100 g<sup>-1</sup> de pulpa) fueron: potasio (K) 276,05; calcio (Ca) 100,66; sodio (Na) 36,53; magnesio (Mg) 18,62; hierro (Fe) 1,38; y zinc (Zn) 0,38. Los

---

Recibido el 29-11-2015 • Aceptado el 12-10-2016

\*Autor de correspondencia e-mail: laurarsotoa@gmail.com

minerales cobre (Cu) y manganeso (Mn) no se detectaron. Es importante destacar que el consumo de frutos de lima Tahití puede contribuir con los requerimientos diarios de algunos minerales esenciales (tales como K, Fe, Mg y Ca, entre otros), siendo factible desde el punto de vista de la dieta diaria.

**Palabras clave:** espectrometría de absorción atómica con llama (FAAS), *Citrus x latifolia*, minerales.

## Abstract

Fruits and vegetables are characterized by a high mineral content with specific functions in the metabolic functioning, that is the reason this research was carried out to determine minerals in the pulp (endocarp) of Tahiti lime (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka) in order to promote development of fortified foods. Tahiti lime pulp is physico-chemically characterized by setting the variables: pH = 2.55; titratable acidity 6.18 g·100 mL<sup>-1</sup>; soluble solids = 8.80 °Brix; total solids = 10.37%; and vitamin C = 41.29 mg·100 mL<sup>-1</sup>. The determination of mineral pulp was performed using atomic absorption spectrometry with flame. The analytical methods used were evaluated using calibration curves, repeatability and analytical reproducibility, recovery and study of standard addition, determining that the spectrometric methods were precise, accurate and free of non-spectral interferences. The mineral content of fruit on wet basis (mg·100 g<sup>-1</sup> pulp) were: potassium (K) 276.05; calcium (Ca) 100.66; sodium (Na) 36.53; magnesium (Mg) 18.62; iron (Fe) 1.38; and zinc (Zn) 0.38. Minerals copper (Cu) and manganese (Mn) were not detected. The consumption of Tahiti lime pulp can contribute to the daily requirements of some essential minerals (such as K, Fe, Mg and Ca, among others), important for the daily diet.

**Key words:** atomic absorption spectrometry flame (FAAS), *Citrus x latifolia*, minerals.

## Resumo

Frutas e vegetais são caracterizados por um elevado conteúdo mineral, com funções específicas no funcionamento metabólico, é por isso que, o presente estudo foi realizado para determinar os minerais presentes na polpa Taiti cal, a fim de promover desenvolvimento de alimentos fortificados. Polpa de limão Tahiti é físico-quimicamente caracterizada por definir os parâmetros: pH = 2,55; acidez titulável g·100 mL<sup>-1</sup> = 6,18 mL<sup>-1</sup>; sólidos solúveis = 8.80 °Brix; total de sólidos = 10,37%; e vitamina C = 41,29 mg·100 mL<sup>-1</sup>. A determinação da polpa mineral foi realizada utilizando espectrometria de absorção atômica com chama. Os métodos analíticos utilizados foram avaliados utilizando curvas de calibração, repetibilidade e reprodutibilidade analítica, recuperação e estudo da adição de padrão, que estabelecem os métodos de espectrometria eram precisas, preciso e livre de interferências não espectrais. O conteúdo mineral de frutas em base húmida (mg·100g<sup>-1</sup> polpa) foram: potássio (K) 276,05; de cálcio (Ca) 100,66; sódio (Na) 36,53; magnésio (Mg), 18,62; ferro (Fe) 1,38; e zinco (Zn) 0,38. Os minerais de

cobre (Cu) e manganês (Mn) não detectado. Importante consumo de pasta de cal Taiti pode contribuir para as necessidades diárias de alguns minerais essenciais (tais como K, Fe, Mg e Ca, entre outros), sendo possível, do ponto de vista da alimentação diária.

**Palavras-chave:** espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS), *Citrus x latifolia*, minerais.

## Introducción

Las frutas se caracterizan por poseer un gran contenido de vitaminas, minerales y fitoquímicos. Venezuela posee un sector frutícola fortalecido sobre todo en el cultivo de frutas cítricas, las cuales representan más del 20% del total de frutas producidas en el país, entre los frutos cítricos de mayor producción están las naranjas, mandarinas, limones y limas. En los últimos años, se ha visto una alta demanda de limas, destacando entre ellas, la variedad de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka) debido a que se cosecha durante todo el año (Marín, 1996; Martínez y García, 2006; Quiroga *et al.*, 2010). La lima Tahití proviene de la especie *C. aurantifolia*; se encuentra dentro de una variedad de la clasificación botánica de limas ácidas (Pérez y Zamora, 2002).

Los cítricos, como todas las plantas, requieren la absorción de cada elemento nutritivo en las cantidades adecuadas, para poder desarrollarse en perfectas condiciones, de acuerdo con el elemento de que se trate. Éstos absorben nutrientes durante todo el año, pero la absorción es más acentuada durante las etapas de floración y formación de fruta. El calcio (Ca) es el elemento más abundante en las partes vegetativas de la planta, seguido por el nitrógeno (N), potasio (K), magnesio (Mg), azufre

## Introduction

Fruits are characterized by having a big content of vitamins, minerals and phytochemicals. Venezuela is a country with an important fruit production especially of citric fruits which represent more than 20% of the total of fruits produced in the country; among the citric fruits with more production in the country are oranges, tangerines, lemons and limes. In the last years, there has been a high demand of limes, standing Tahiti lime (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka) since it is cropped during all the year (Marín, 1996; Martínez and García, 2006; Quiroga *et al.*, 2010). Tahiti lime comes from the species *C. aurantifolia*, in the variety of the botanical classification of acid limes (Pérez and Zamora, 2002).

Citric, as all the plants, require the absorption of each nutritive element in adequate quantities to be able to develop in perfect conditions, according to the element. Citric absorb nutrients during all the year, but the absorption is more marked during the flowering and forming phases of the fruit. Calcium (Ca) is the most abundant element in the vegetative parts of the plant, followed by nitrogen (N), potassium (K), magnesium (Mg), sulphur (S) and phosphorous (P). However, N and K are more abundant in the fruit. Approximately,

(S) y fósforo (P). Sin embargo, el N y el K son los más abundantes en el fruto. Cerca del 30% del N total en la planta y el 70% del K se localizan en el fruto (Polti, 2013). De allí la importancia de determinar las concentraciones de estos minerales empleando métodos de análisis confiables, reproducibles y libres de interferencias (González *et al.*, 2010). La espectrometría de absorción atómica con llama (FAAS) es la técnica instrumental más apropiada para la determinación de los metales calcio, magnesio, sodio, potasio, cobre, hierro, zinc y manganeso, debido a su alta sensibilidad, reproducibilidad, confiabilidad, control de interferencias, rapidez de la determinación espectrofotométrica, bajos costos de operación, amigable con el ambiente y sencillo pre-tratamiento de las muestras (Granadillo *et al.*, 2008; Skoog *et al.*, 2008).

En tal sentido, en este trabajo se realizó la determinación de algunos macrominerales Ca, Mg, Na, K y microminerales Cu, Fe, Zn y Mn contenidos en el fruto de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka) cultivados en el municipio Mara, estado Zulia, Venezuela, empleando la técnica de FAAS así como la caracterización fisicoquímica del zumo extraído del fruto.

## Materiales y métodos

### Material vegetal

Se recolectaron aproximadamente 35 kg de frutos de lima Tahití (*Citrus x latifolia*), de forma aleatoria de plantas sanas cultivadas en el Centro Socialista de Investigación y Desarrollo Frutícola y Apícola

30% of the total N in the plant and 70% of K are located in the fruit (Polti, 2013). Thus, the importance of determining the concentrations of these minerals employing trustable and reproduction analyses methods and free of interferences (González *et al.*, 2010). Flame absorption atomic spectrometry (FAAS) is the most appropriate instrumental technique for determining the metals calcium, magnesium, sodium, potassium, copper, iron, zinc and manganese, due to the high sensibility, reproducibility, accuracy, interference control, speed of the spectrophotometric determination, low operating costs, friendly with the environment and simple pre-treatment of samples (Granadillo *et al.*, 2008; Skoog *et al.*, 2008).

In this sense, the determination of some macro minerals Ca, Mg, Na, K and micro minerals Cu, Fe, Zn and Mn was performed of the contents of Tahiti lime (*Citrus x latifolia* Yu.Tanaka) Yu.Tanaka) cropped in Mara, Zulia state, Venezuela, employing FAAS, as well as the physic-chemical characterization of the extracted juice of the fruit.

## Materials and methods

### Vegetal material

Approximately 35 kg of Tahiti lime fruits (*Citrus x latifolia*) were collected at random from healthy plants cropped in the Socialist Center of Research and Fruit and Beekeeping Development (CESID-Fruticola and Apicola), located in km 27, San Rafael del Mojan, Mara municipality, Zulia state. Even though COVENIN 1769-81 norm (COVENIN 1769:81)

(CESID-Frutícola y Apícola), ubicado en el km 27, vía San Rafael del Moján, municipio Mara, estado Zulia. Aun cuando la norma COVENIN 1769-81 (COVENIN 1769:81) estableció que la toma de muestras debe ser de 200 kg de frutos, solo estuvieron disponibles para la investigación en el CESID-Frutícola y Apícola, 35 kg, los cuales fueron suficientes para todos los ensayos descritos en este trabajo. Los frutos se lavaron y separaron manualmente en cada una de sus partes (epicarpio, meso y endocarpio) empleando cuchillos de hoja fina de acero inoxidable, removiendo la mayor cantidad posible del epicarpio (flavedo). La muestra a procesar consistió en la pulpa (mesocarpio y endocarpio) del fruto (segmento, jugo y vesículas).

Para la determinación analítica de la concentración de los minerales determinados por FAAS, se prepararon las curvas de calibración para cada metal mediante dilución a partir de las soluciones estándares de  $1000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  en balones volumétricos con una matriz de ácido nítrico  $0,01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  (Merck). Del ácido nítrico concentrado libre de los metales objetos de estudio, se obtuvo una serie de concentraciones crecientes del analito (metal) y posteriormente, se graficó la señal de absorbancia o de emisión en función de la concentración. Todas las soluciones se prepararon con agua desionizada (grado I ASTM). Una solución de lantano (La) concentrada (ca.  $1000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) se preparó a partir de la sal de cloruro de lantano ( $\text{LaCl}_3\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , Merck), para preparar las soluciones estándares de Ca y Mg, controlando las interferencias

established that there must be a sample of 200 kg, only 35 kg were available for the research at CESID-Fruticola and Apicola, which were enough for carrying out all the essays described in this research. The fruits were washed and separated manually from each of their parts (epicarp, meso and endocarp) using a stainless steel knife, removing the epicarp (flavedo). The sample to be processed consisted on the pulp (mesocarp and endocarp) of the fruit (segment, juice and vesicle).

For the analytical determination of the mineral concentration determined by FAAS, calibration curves were prepared for each material through dilution after standard solutions of  $1000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  in volumetric balloons with a matrix of nitric acid of  $0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  (Merck). Series of crescent concentrations of the analyte (metal) were obtained from the concentrated nitric acid free of metals; later, the absorbance or emission sign was plotted in function of the concentration. All the solutions were prepared with deionized water (degree I ASTM). A concentrated lanthanum solution (La) (ca.  $1000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) was prepared after salt of lanthanum chloride ( $\text{LaCl}_3\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , Merck), to prepare standard solutions of Ca and Mg, controlling the chemical interferences of phosphates (Skoog *et al.*, 2008). The samples diluted using nitric acid for a final concentration of acid of  $0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  (Merck), according to Barros *et al.* (2012).

#### **Physical-chemical characterization of the pulp**

The following physico-chemical characteristics were evaluated

químicas de los fosfatos (Skoog *et al.*, 2008). Las muestras se diluyeron empleando ácido nítrico para una concentración final del ácido de 0,01 mol L<sup>-1</sup> (Merck), de acuerdo con Barros *et al.* (2012).

### Caracterización fisico-química de la pulpa

Se evaluaron las siguientes características físico-químicas empleando los métodos reportados por la A.O.A.C. (2000) a saber: (i) acidez titulable utilizando el método No. 22.008; (ii) sólidos solubles, expresados en °Brix, utilizando el método No. 22.024; (iii) pH utilizando el método No. 22.061; (iv) sólidos totales utilizando el método No. 22.024; y (v) vitamina C o ácido ascórbico utilizando el método No. 1.295. Todos los análisis se realizaron por triplicado.

### Tratamiento de la muestra

Se empleó una muestra compuesta por el jugo, las vesículas y los segmentos de los frutos. Una vez homogeneizada se tomaron 0,5 g de esta muestra. Seguidamente, se le agregó 2 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado en la cápsula de reacción de la bomba tipo Parr, ésta se insertó en el sistema cerrado de alta presión, se procedió a calentar el sistema en una estufa a 120±10 °C durante 4 h, finalizada la digestión, se dejó enfriar la bomba tipo Parr durante 24 h, el digerido obtenido se colocó en un balón volumétrico de 10 mL y se llevó a volumen final con agua desionizada. En esta solución mineralizada se determinaron Ca, Mg, Na y K. Para la determinación de Ca y Mg, se agregaron a los balones 10 µL de una solución de 1000 mg·L<sup>-1</sup>, mientras que para determinar Fe, Zn, Mn y Cu, se agregó el digerido de cuatro bombas Parr en un balón volumétrico de 25

employing the methods reported by A.O.A.C. (2000): (i) titratable acidity using the method N° 22,008; (ii) soluble solids expressed in °Brix, using the method N° 22,024; (iii) pH using the method N° 22,061; (iv) total solids using the method N° 22,024; and (v) vitamin C or ascorbic acid using the method N° 1,295. All the analyses were performed by triplicate.

### Treatment of the sample

A sample composed by the juice, vesicle and segments of fruits was employed. Once homogenized, 0.5 g of this sample was taken; later, 2 mL of concentrated HNO<sub>3</sub> were added in the reaction capsule of Parr bomb, it was inserted in the system by high pressure, was heated in a stove at 120±10 °C for 4 h, once ended the digestion the Parr-type bomb was set cool for 24 h, the assimilated obtained was put on a 10 mL volumetric balloon and was taken to the final volume with deionized water.

In this mineralized solution were determined Ca, Mg, Na and K. For determining Ca and Mg, 10 µL of a solution of 1000 mg·L<sup>-1</sup> were added to the balloons; meanwhile, to determine Fe, Zn, Mn and Cu, the assimilated of four Parr bomb was added in a volumetric balloon of 25 mL and gauged with deionized water. The treatment of the sample was performed by triplicate and five spectrophotometric measures were done by each metal to guarantee the repeatability of the method (La Pera *et al.*, 2003; Barros *et al.*, 2012).

### Spectrophotometric determination of minerals

The determination of Ca, Cu, Fe, Mn, Mg, K, Na and Zn in the pulp of

mL y se aforó con agua desionizada. El tratamiento de la muestra se llevó a cabo por triplicado y a cada una se le realizaron cinco mediciones espectrofotométricas por cada metal para garantizar la repetibilidad del método (La Pera *et al.*, 2003; Barros *et al.*, 2012).

### **D e t e r m i n a c i ó n espectrofotométrica de los minerales**

La determinación de Ca, Cu, Fe, Mn, Mg, K, Na y Zn en la pulpa de lima Tahití se llevó a cabo empleando el método de Barros *et al.* (2012) empleando un espectrofotómetro de absorción atómica con llama (marca Shimadzu modelo AA-6650) con las condiciones instrumentales recomendadas para cada mineral indicadas en el cuadro 1.

Tahiti lime was carried out employing the method of Barros *et al.* (2012) using a spectrophotometer of flame atomic absorption (Shimadzu model AA-6650) with the instrumental conditions recommended for each mineral indicated in table 1.

A white was prepared on each case in a 50 mL volumetric balloon adding 5 mL of concentrated nitric acid with deionized water. For determining Ca and Mg, a white was prepared adding 10  $\mu$ L of 1000 mg  $\text{La}\cdot\text{L}^{-1}$  of the solution (Martínez and García, 2006). Recovery studies were done as well as those of standard addition to evaluate the accuracy of the method. The standard solutions were prepared every time a determination was performed by serial dilution of the concentrated solutions ( $\text{ca}\cdot 100\text{ mL}^{-1}$ ). To know the

### **Cuadro 1. Variables instrumentales para la determinación de metales por espectrometría atómica con llama en pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia*) (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).**

**Table 1. Instrumental variables for the determination of metals by Atomic flame Spectrometry in Tahiti lime pulp (*Citrus x latifolia*) (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).**

Metal	Longitud de Onda, $\lambda$ (nm)	Anchura de banda espectral (nm)
Ca	422,70	0,7
Mg	285,15	0,5
K	766,63	0,5
Na	589,04	0,2
Zn	213,76	0,5
Fe	248,35	0,2
Cu	324,66	0,5
Mn	279,45	0,2

Tipo de llama empleada: Aire- acetileno.

En cada caso, se preparó un blanco en un balón volumétrico de 50 mL agregando 5 mL de ácido nítrico concentrado y aforando con agua desionizada. Para la determinación de Ca y Mg, se preparó un blanco agregando 10  $\mu\text{L}$  de una solución de 1000  $\text{mg La}\cdot\text{L}^{-1}$  (Martínez y García, 2006). Se realizaron estudios de recuperación y de adición estándar para evaluar la exactitud del método. Las soluciones estándares se prepararon cada vez que se realizó alguna determinación por dilución serial de las soluciones concentradas (ca.100  $\text{mL}^{-1}$ ). Para conocer el intervalo lineal óptimo de trabajo para cada metal se optimizaron las curvas de calibración, preparando para ello soluciones estándares de los metales en intervalos de concentración relativamente amplios, (i) para el Ca un intervalo de 0,01-3  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , (ii) para el Cu un intervalo de 0,03-10  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , (iii) para el Fe un intervalo de 0,06-15  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , (iv) para el Mg un intervalo de 0,003-1  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , (v) para el Zn y Na un intervalo de 0,01-2  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , (vi) para el K un intervalo de 0,003-2  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  y (vii) para el Mn un intervalo de 0,02-5  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . La selección de los intervalos óptimos de trabajo para la cuantificación de cada metal se basó en la mayor linealidad de las curvas de calibración, expresadas con el coeficiente de correlación lineal de Pearson ( $r$ ), evitando las zonas de las curvas afectadas por el error fotométrico. Se realizaron estudios de recuperación y de adición estándar para evaluar la exactitud del método. Los ensayos se realizaron por triplicado y las mediciones espectrofotométricas por quintuplicado (Colina, 2014).

optimum lineal interval for each material the calibration curves were optimized preparing standard solutions of the metals in relatively wide concentration intervals, (i) an interval of 0.01-3.00  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  for Ca, (ii) an interval of 0.03-10.00  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  for Cu, (iii) an interval of 0.06-15.00  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  for Fe, (iv) an interval of 0.003-1.00  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  for Mg, (v) and for Zn and Na an interval of 0.01-2.00  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , (vi) an interval of 0.003-2.00  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  for K and (vii) an interval of 0.02-5.00  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  for Mn. The selection of the optimum intervals for quantifying each metal was based on the highest linearity of calibration curves expressed in Pearson lineal correlation coefficient ( $r$ ), avoiding the curve areas affected by the photometric error. Recovery and standard addition essays were performed by triplicate and the spectrophotometric measures by fivefold (Colina, 2014).

The calibration curve is a metrological technique in analytical chemistry that allows evaluating the intrinsic sign-analyte relation and the figures or properties of instrumental analytical quality of the analysis method. The equations of calibration curves for each of the studied analyte followed Lambertt-Beer Law (Colina, 2014).

The accuracy of the method used for determining the minerals was verified with repeatability analytical studies (in the running) and reproducibility (between runnings). Aliquots were taken by triplicate after the same sample, and the absorbance readings were obtained by pentaplicate. The results are presented in table 3 as



La curva de calibración es una técnica metrológica en química analítica que permite evaluar la relación intrínseca señal-analito y las figuras de méritos o propiedades de calidad analítica instrumental del método de análisis. Las ecuaciones de las curvas de calibración para cada analito estudiado, siguieron la Ley de Lambertt-Beer (Colina, 2014).

La precisión del método empleado para la determinación de minerales se verificó a través de estudios analíticos de repetibilidad (en las rachas o corridas) y de reproducibilidad (entre rachas o corridas). Se tomaron alícuotas por triplicado a partir de una misma muestra y fueron obtenidas las lecturas de absorbancia por pentuplicado. Se presentan como promedio ( $\bar{X}$ , en  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), desviación estándar (DE,  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) y desviación estándar relativa (DER, en %). Todas las DER deberían ser menores o cercanas al 5% para considerar que el método evaluado fue preciso (Morgay, 2005).

El estudio de recuperación consistió en fortificar muestras con diferentes volúmenes de concentraciones conocidas de un patrón acuoso del metal antes del proceso de mineralización, lo que permitió conocer la masa adicionada por metal, y por ende la concentración esperada en la muestra fortificada ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ), calculándose el porcentaje (%) de recuperación. Se consideró el método confiable cuando los porcentajes de recuperación oscilaron entre 95 y 105% (Granadillo *et al.*, 2008).

Además, se evaluó la existencia de posibles interferencias de

average ( $\bar{X}$ , in  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), standard deviation (SD,  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) and relative standard deviation (RSD in %). All RSD must be less or close to 5% to consider the evaluated method as accurate (Morgay, 2005).

The recovery study consisted on fortifying samples with different concentration volume known as an aqueous metal pattern before the mineralization process, which allowed knowing the addition mass by the metal; thus, the expected concentration in the fortified sample ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ), calculating the recovery percentage (%). The method is considered accurate when the recovery percentages were from 95 to 105% (Granadillo *et al.*, 2008).

Additionally, the existence of possible chemical or non-spectral interferences in the matrix was evaluated performing a standard addition study which consisted on comparing statistically the gradients of the standard addition curves with the values of the gradients of aqueous calibration curves with a statistical analysis employing *t* Student test (Gonzales, 2012).

The analytical parameters were determined: limits of detection ( $L_D$ ), quantification ( $L_Q$ ), and instrumental sensibility ( $C_D$ ). The detection limit corresponds to the lowest quantity of an analyte which sign might be distinguished by the noise sign and calculated as the concentration corresponding three times to the standard deviation of the white. The quantification limit was calculated as the concentration corresponding ten times to the standard deviation of the

matriz, químicas o no espectrales realizando un estudio de adición estándar que consistió en comparar estadísticamente las pendientes de las curvas de adición estándar con los valores de las pendientes de las curvas de calibración acuosa, mediante un análisis estadístico empleando la prueba *t* de Student (Gonzales, 2012).

Se determinaron los parámetros analíticos: límites de detección ( $L_D$ ) y de cuantificación ( $L_Q$ ), y la sensibilidad instrumental ( $C_O$ ). El límite de detección se corresponde con la menor cantidad de un analito cuya señal puede ser distinguida respecto a la señal del ruido y se calculó como la concentración correspondiente a tres veces la desviación estándar del blanco. El límite de cuantificación se calculó como la concentración correspondiente a 10 veces la desviación estándar del blanco. La sensibilidad instrumental es la mínima magnitud que puede diferenciar el aparato de medida, y esta se calculó como la pendiente de la curva de calibrado a la concentración del 1% de absorción o empleando 0,0044 unidades de absorbancia (Granadillo *et al.*, 2008).

### Diseño experimental y análisis estadístico

Se empleó un diseño experimental matricial de 3 x 5, con mediciones repetidas, para evaluar espectrométricamente el contenido de minerales en la pulpa de lima Tahití. A todos los valores obtenidos en las determinaciones analíticas de los metales se les calculó el promedio aritmético ( $\bar{X}$ ), la desviación estándar (DE) y la desviación estándar relativa (DER). Se elaboraron curvas

white. The instrumental sensibility is the minimum magnitude that might differentiate the measure, and it was calculated as the calibration gradient to the concentration at 1% of absorption or employing 0.0044 absorbance units (Granadillo *et al.*, 2008).

### Experimental design and statistical analysis

A 3 x 5 matrix experimental design was employed with repeated measures to evaluate the mineral content of the pulp of Tahiti lime in the spectrometer. The arithmetic value was calculated in all the values obtained on the analytical determinations of the metals ( $\bar{X}$ , standard deviation (SD) and relative standard deviation (RSD). Calibration curves were elaborated for each analysis. All comparative statistical evaluations were carried out by conventional methods (Pearson lineal correlation and *t* Student, among others). Three samples of Tahiti lime were taken from a pool, and the spectrophotometer measures were analyzed by pentuplicate for each mineral. Significant differences were considered at  $P \leq 0.05$  (Controsceri, 2013).

### Results and discussion

#### Physic-chemical characterization of the pulp

In table 2 are shown the results obtained in the physic-chemical characterization of the pulp of Tahiti lime. The pH value in the pulp was 2.55 in the interval (from 2 to 3), reported for citric fruits (Solís, 2006; Segura and Varó, 2009) as well as

de calibración para cada análisis. Todas las evaluaciones estadísticas comparativas se realizaron por métodos convencionales (correlación lineal de Pearson y *t* de Student, entre otros). De un pool de muestras de Lima Tahití se tomaron tres muestras y se analizaron por pentaplicado las mediciones espectrofotométricas, para cada mineral. Se consideraron diferencias significativas a una  $P \leq 0,05$  (Controsceri, 2013).

## Resultados y discusión

### Caracterización físico-química de la pulpa

En el cuadro 2 se muestran los resultados obtenidos en la caracterización físico-química de la pulpa de lima Tahití. El valor de pH en la pulpa fue 2,55, encontrándose dentro del intervalo (entre 2 y 3), reportados para frutas cítricas (Solís, 2006; Segura y Varó, 2009) así como, también a los valores reportados por Rangel *et al.* (2011) y Barros *et al.*

the values reported by Rangel *et al.* (2011) and Barros *et al.* (2012), which are closed to the one obtained in this research; 2.32 and 2.81, respectively.

The titratable acidity indicated the content of organic and inorganic acids free in the pulp of the fruit, most of citric fruits are acid due to citric acid, Horwitz *et al.* (1980); Kader and Pelayo (2011). The value obtained of titratable acidity was 6.18 g citric acid·100 mL<sup>-1</sup>, but similar to the one obtained by Rangel *et al.* (2011), 6.05 mg citric acid·100 mL<sup>-1</sup>.

A value of 8.80 °Brix was obtained regarding the total soluble solids, representing the m/m percentage of the sucrose content of the fruit pulp; thus, the environmental conditions and pre-harvest factors might influence the total value of solids present (Kader and Pelayo, 2011). According to the norm Codex Stan 247-2005, citric fruits must have a °Brix value of  $\geq 8$ .

The quantity of ascorbic acid in vitamin C determined in the current research in Tahiti lime was 41.29 mg·100 mL<sup>-1</sup>, close to the value

**Cuadro 2. Variables químicas obtenidas en la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).**

**Table 2. Chemical variables obtained in the pulp of Tahiti lime (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).**

Método de análisis	Valor obtenido
Acidez iónica (pH)	2,55 ± 0,03
Acidez titulable (g·100 mL <sup>-1</sup> )	6,18 ± 0,02
Sólidos solubles (°Brix)	8,80 ± 0,01
Vitamina C (mg·100 mL <sup>-1</sup> )	41,29 ± 0,40
Sólidos totales (%)	10,37 ± 0,24

Condiciones: A.O.A.C. N° 22.008; 22.024; 22.061; 1.295.

(2012), los cuales fueron cercanos a los obtenidos en este estudio; 2,32 y 2,81, respectivamente.

La acidez titulable indicó el contenido de ácidos orgánicos e inorgánicos libres en la pulpa del fruto, la mayor parte de los frutos cítricos deben su acidez en gran medida al ácido cítrico (Horwitz *et al.*, 1980; Kader y Pelayo, 2011). El valor de acidez titulable obtenido fue 6,18 g de ácido cítrico  $\cdot 100 \text{ mL}^{-1}$ , siendo superior al reportado por Barros *et al.* (2012), 4,37 mg de ácido cítrico  $\cdot 100 \text{ mL}^{-1}$ , pero similar al obtenido por Rangel *et al.* (2011) de 6,05 mg de ácido cítrico  $\cdot 100 \text{ mL}^{-1}$ .

Con respecto a los sólidos solubles totales se obtuvo un valor de 8,80 °Brix, representando el porcentaje m/m del contenido de sacarosa de la pulpa del fruto, por lo que las condiciones ambientales y factores de precosecha podrían incidir en el valor total de los sólidos presentes (Kader y Pelayo, 2011). Según la norma Codex Stan 247-2005, los frutos cítricos deben poseer un valor de °Brix  $\geq 8$ .

La cantidad de ácido ascórbico o vitamina C en la lima Tahití determinada en este estudio fue de 41,29 mg  $\cdot 100 \text{ mL}^{-1}$ , siendo cercano al valor obtenido (41,4 mg  $\cdot 100 \text{ mL}^{-1}$ ) por Barros *et al.* (2012) para frutos cítricos.

Los sólidos totales se refieren a todo aquello que no es humedad; es decir, el extracto seco del fruto. Los frutos cítricos en general se caracterizan por poseer un alto contenido de agua, es decir, de humedad. Según la norma Codex Stan 247-2005 para los frutos cítricos se reportó un porcentaje de humedad entre 80 y 95%, lo que indicó que el porcentaje restante representó

obtenido (41.4 mg  $\cdot 100 \text{ mL}^{-1}$ ) by Barros *et al.* (2012) for citric fruits.

Total solids refer to the dry extract of the fruit. Citric fruits in general are characterized by having a high content of water, that is, of humidity. According to Codex Stan norm 247-2005 for citric fruits a humidity percentage from 80 to 95% was reported, indicating that the remaining percentage represented the total solids (from 5 to 20%). The value obtained in Tahiti lime was 10.37%  $\pm 0.24$ , inside the rank reported by Larroca (2010).

### Determination of minerals in the pulp of Tahiti lime

#### Evaluation of analytical parameters

The determination of minerals in Tahiti lime was carried out employing calibration curves for each metal (figures 1 and 2), accuracy studies, exactitude studies (recovery studies) and standard addition to evaluate non-spectral interferences of the results obtained with the methods employed based on FAAS. In all cases, high coefficients of lineal correlations were obtained for the calibration curves: Ca,  $A = 0.022c + 0.002$  ( $r = 0.9919$ ); Cu,  $A = 0.034c + 0.0003$  ( $r = 0.9997$ ); Fe,  $A = 0.017c + 0.002$  ( $r = 0.9955$ ); Mn,  $A = 0.053 + 0.0007$  ( $r = 0.9993$ ); Mg,  $A = 0.408c + 0.001$  ( $r = 0.9979$ ); K,  $A = 0.070c + 0.042$  ( $r = 0.9944$ ); Na,  $A = 0.269c + 0.00006$  ( $r = 0.9988$ ); and Zn,  $A = 0.126c + 0.003$  ( $r = 0.9945$ ).

Coefficient values of Pearson lineal correlation ( $r$ ) obtained on each of the lines were submitted to two rows  $t$  test (Food and Nutrition Board, 2003), to corroborate if these were really significant and confirm the lineal correlation of the data

los sólidos totales (entre 5 y 20%). El valor obtenido en los frutos de lima Tahití fue de  $10,37\% \pm 0,24$ , el cual se encontró dentro del rango reportado por Larroca (2010).

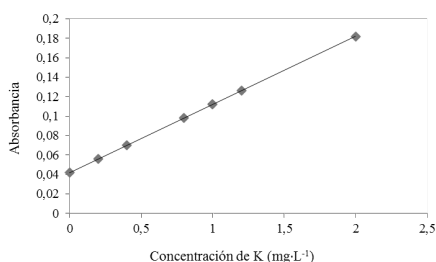
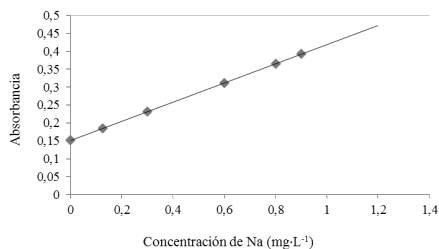
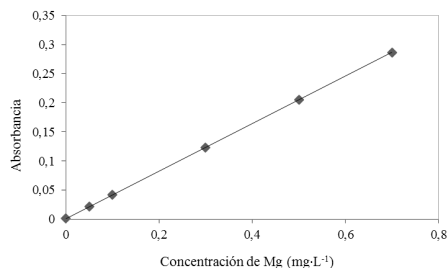
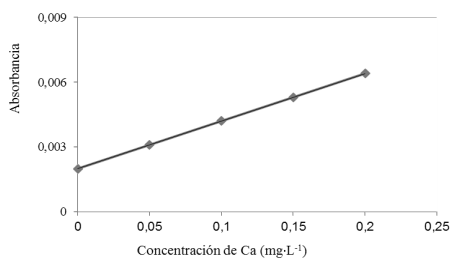
### Determinación de minerales en la pulpa de lima Tahití

#### Evaluación de parámetros analíticos

La determinación de minerales en lima Tahití se llevó a cabo empleando las curvas de calibración para cada metal (figuras 1 y 2), estudios de

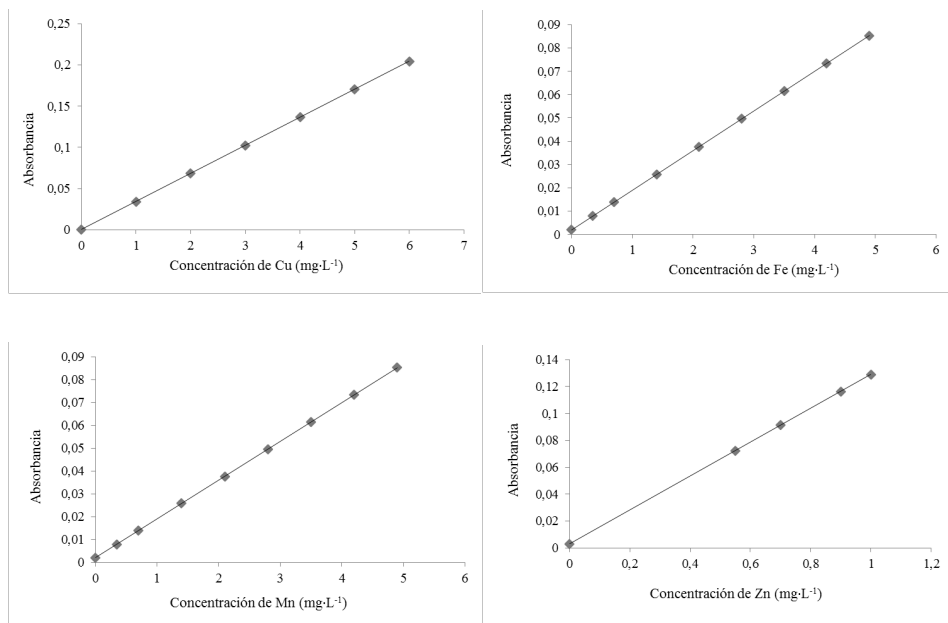
(figures 1 and 2). In this sense, for all the cases the experimental values of  $r$  were statistical significant ( $p < 0.05$ ) compared to the corresponded tabulated values of  $r$  (theoretical) considering on each particular case the associated freedom values ( $m = n - 2$ , where  $n$  is the pair number of the data ( $y$ ;  $x$ ): absorbance; concentration).

The accuracy of the methods employed was verified through accuracy studies applied to the diluted samples, evaluating the



**Figura 1. Curvas de calibración de los macrominerales (Ca, Mg, Na y K) estudiados en la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka) por FAAS.**

**Figure 1. Calibration curves of the macro-minerals (Ca, Mg, Na and K) studied in the pulp of Tahiti lime (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka) by FAAS.**



**Figura 2. Curvas de calibración para microminerales (Cu, Fe, Mn y Zn) estudiados en la pulpa de lima Tahiti (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka) por FAAS.**

**Figure 2. Calibration curves of the micro-minerals (Cu, Fe, Mn y Zn) studied in the pulp of Tahiti lime (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka) by FAAS.**

precisión, estudios de exactitud (estudios de recuperación) y de adición estándar para evaluar las interferencias no espectrales de los resultados obtenidos con los métodos empleados basados en la FAAS. En todos los casos se obtuvieron altos coeficientes de correlación lineal para las curvas de calibración: Ca,  $A = 0,022c + 0,002$  ( $r = 0,9919$ ); Cu,  $A = 0,034c + 0,0003$  ( $r = 0,9997$ ); Fe,  $A = 0,017c + 0,002$  ( $r = 0,9955$ ); Mn, A

analytical repeatability (in the runs) and the analytical reproducibility (between runs) by the experimental values obtained on each case for the relative standard deviation (RSD in %) (table 3). It was observed in all the minerals studied that RSD was in the international acceptability rank, less or equal to 5%. Fe was slightly > 5% (ca. 5.22%) without statistical differences, which might be attributed to the low concentrations where the

= 0,053 + 0,0007 ( $r = 0,9993$ ); Mg,  $A = 0,408c + 0,001$  ( $r = 0,9979$ ); K,  $A = 0,070c + 0,042$  ( $r = 0,9944$ ); Na,  $A = 0,269c + 0,00006$  ( $r = 0,9988$ ); y Zn,  $A = 0,126c + 0,003$  ( $r = 0,9945$ ). Los valores de los coeficientes de correlación lineal de Pearson ( $r$ ) obtenidos en cada una de las rectas fueron sometidos a la prueba  $t$  de dos colas (Food and Nutrition Board, 2003), para corroborar si estos eran realmente significativos para así confirmar la correlación lineal entre los datos (figuras 1 y 2). En tal sentido, para todos los casos los valores experimentales de  $r$  fueron estadísticamente significativos ( $p < 0,05$ ) al compararlos con los correspondientes valores tabulados de  $r$  (teóricos) considerando en cada caso particular los grados de libertad asociados ( $m = n - 2$ , donde  $n$  es el número de pares de datos ( $y$ ;  $x$ ): absorbancia; concentración).

La precisión de los métodos empleados se verificó a través de los estudios de precisión aplicados a las muestras diluidas, evaluando la repetibilidad analítica (en la racha o corrida) y la reproducibilidad analítica (entre rachas o entre corridas), por medio de los valores experimentales obtenidos en cada caso para la desviación estándar relativa (DER, en %) (cuadro 3). Se observó para todos los minerales estudiados que la DER se encontró en los rangos de aceptabilidad internacional, menor o igual al 5%. Cabe señalar que el Fe presentó una DER ligeramente  $> 5\%$  (ca. 5,22%), sin diferencias estadísticas, lo cual podría atribuirse a las bajas concentraciones en las que se encontraba el analito, debido a que

analyte was, since it was determined close to the detection limit.

The exactitude of the methods employed was evaluated doing recovery studies on each analyte all the recoveries obtained (table 4) fulfilled what was established by A.O.A.C., that indicated that the optimum recovery percentages were from 80 to 115% (with RSD from 15 to 20%) if the method is selective to the analyte when working in units of  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  in presence of other chemical species (Miller and Miller, 2005; A.O.A.C., 2000).

The existence of posible interferences of matrix, chemical or non spectral were evaluated. The results obtained proved that there were not statistical differences among the pending since the calculated  $t$  student test was lower than the critical  $t$  student test, at an accuracy level of 95%. Additionally, the relative error percentage was calculated when compared the obtained values of calibration curves of each material to the one obtained when performing different standard additions (figures 3 to 8). In these figures are illustrated that all values were lower to 5%, corroborating that the methods did not present non-spectral or chemical interferences, and it can be also observed on each case the expected parallelism that exists between the calibration curves and the standard addition (Horwitz *et al.*, 1980).

In table 5 are observed the values obtained for the analytical parameters: detection limits ( $L_D$ ) and quantification ( $L_Q$ ), and instrumental citric fruits are characterized by

**Cuadro 3. Estudio de precisión en la pulpa de lima Tahiti (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).****Table 3. Accuracy test in the pulp of Tahiti lime (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu.Tanaka).**

Metal	Concentración (mg·L <sup>-1</sup> )	Repetibilidad analítica (en la racha o corrida)		Reproducibilidad analítica (entre rachas o corridas)	
		DE (mg·L <sup>-1</sup> )	DER (%)	DE (mg·L <sup>-1</sup> )	DER (%)
		K	1,29	0,050	3,87
Na	2,22	0,032	1,40	0,096	4,18
Ca	1,01	0,031	3,04	0,013	1,29
Mg	0,106	0,001	0,90	0,004	3,77
Fe	0,69*	0,022	3,19	0,038	5,22
Zn	0,19*	0,004	2,10	0,004	4,19
Cu	ND <sup>a</sup>	-	-	-	-
Mn	ND <sup>b</sup>	-	-	-	-

ND= no detectable; <sup>a</sup>Límite de detección (L<sub>D</sub>)= 0,108 mg Cu·L<sup>-1</sup>; <sup>b</sup>L<sub>D</sub>= 0,153 mg Mn·L<sup>-1</sup>; \* <Limite de cuantificación.

fue determinado muy cerca del límite de detección.

La exactitud de los métodos empleados se evaluó realizando estudios de recuperación de cada analito, todas las recuperaciones obtenidas (cuadro 4) cumplieron con lo establecido por la A.O.A.C., que indicó que los porcentajes óptimos de recuperación estuvieron entre 80 y 115% (con DER entre 15 y 20%) siempre que el método sea selectivo

having a great content of potassium, probably as acid citric of potassium (González *et al.*, 2010; Barros *et al.* 2012); and a reduced content of sodium, determining in this research a concentration of 100.66 mg·100 g<sup>-1</sup> of pulp; meanwhile, for magnesium there was a concentration of 18.62 mg·100 g<sup>-1</sup> of pulp. These three minerals (K, Na and Mg) have been considered part of the main inorganic compounds of



**Cuadro 4. Estudios de recuperación (%) y la desviación estándar relativa (% DER) en la determinación espectrofotométrica de los minerales estudiados en la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).**

**Table 4. Recovery study (%) and the relative standard deviation (% RSD) in the spectrophotometric determination of the minerals studied in the pulp of Tahiti lime (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).**

Metal	% Recuperación (media ± DE)	DER (%)
K	98,04±4,38	4,47
Na	100,91±3,39	3,36
Ca	90,02± 5,42	6,03
Mg	93,08±2,27	2,44
Fe	112,39±20,23	17,99
Zn	92,58±4,93	5,32
Cu	ND <sup>a</sup>	-
Mn	ND <sup>b</sup>	-

ND= no detectable; <sup>a</sup>Límite de detección ( $L_D$ )= 0,108 mg·L<sup>-1</sup> de Cu; <sup>b</sup> $L_D$ = 0,153 mg·L<sup>-1</sup> de Mn.

hacia los analitos cuando se trabaja en unidades de mg·L<sup>-1</sup> en presencia de otras especies químicas (A.O.A.C., 2000; Miller y Miller, 2005).

Se evaluó la existencia de posibles interferencias de matriz, químicas o no espectrales. Los resultados obtenidos comprobaron que no hubo diferencias estadísticas entre las pendientes debido que la *t* de Student calculada fue menor que la *t* de Student crítica, a un nivel de confianza del 95%. También se calculó el porcentaje del

citric and are combined in the pectin or avoid the formation of insoluble salts (Larroca, 2010).

Among the minerals studied (zinc, manganese, iron and copper), copper and manganese were not detected, since the concentrations of these microminerals were found under the detection limit of the instrumental technique (FAAS) employed for its determination; meanwhile, iron and zinc were detected in low concentrations (1.38 and 0.38 mg·100 g<sup>-1</sup> of pulp,

error relativo generado al comparar los valores obtenidos de las curvas de calibración de cada metal con el obtenido al realizar las diferentes adiciones estándar (figuras 3 a la 8). En estas figuras se ilustra que todos los valores fueron menores al 5%, corroborando que los métodos no presentaron interferencias no espectrales o químicas; así como, también se pudo observar en cada caso el paralelismo esperado que se presentó entre las curvas de calibración y la de adición estándar (Horwitz *et al.*, 1980).

En el cuadro 5 se observan los valores obtenidos para los parámetros analíticos: límites de detección ( $L_D$ ) y de cuantificación ( $L_Q$ ), y la sensibilidad instrumental ( $C_0$ , expresada como concentración característica), para cada uno de los analitos estudiados.

### Concentración de minerales

En el cuadro 6 se muestran las concentraciones de cada uno de los minerales determinados en lima Tahití expresada en  $\text{mg} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$  de pulpa de fruta. El potasio se encontró en mayor proporción en comparación a los demás macrominerales estudiados (calcio, magnesio y sodio), obteniéndose  $276,05 \text{ mg} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$  de pulpa. Está indicado en la literatura que los frutos cítricos se caracterizan por poseer un gran contenido de potasio, que probablemente se encuentra como citrato ácido de potasio (González *et al.*, 2010; Barros *et al.*, 2012); y un contenido reducido de sodio, determinándose en este trabajo una concentración de  $100,66 \text{ mg} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$  de pulpa, mientras que para el magnesio se obtuvo una concentración de  $18,62 \text{ mg} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$  de pulpa. Estos tres minerales (K, Na y Mg) han sido considerados parte de los compuestos

respectively), over the detection limit but under the quantification limit. Some authors such as Rangel *et al.* (2011) and Barros *et al.* (2012) carried out studies where the mineral content was reported in Tahiti lime; however, the concentrations obtained by these authors differed from the ones obtained in this research, which may be due to agronomical and climatic factors, as well as to the type of the sample treatment and the analysis method employed.

The pulp of Tahiti lime can be generally considered as a good source of potassium, iron, magnesium and calcium, since a portion of 100 g of pulp provides from 5 to 10.06% of the necessary intake of these minerals, according to the dietetic recommendation of RDI (Reference Daily Intake), which were established by FDA, USA (Food and Drug Administration, USA). Likewise, in table 7 are presented the daily consumption of minerals that a person requires (Food and Nutrition Board/Institute of Medicine, 2003).

### Conclusions

The methodology employed for determining the metals K, Na, Fe, Ca and Mg present in the pulp of Tahiti lime, stated that according to the validation of the analytical parameters these were trustable, reproducible and free of interferences. Also, these provided detection limits of quantification and instrumental sensitivity adequate for this type of analysis employing the instrumental technique of FAAS.

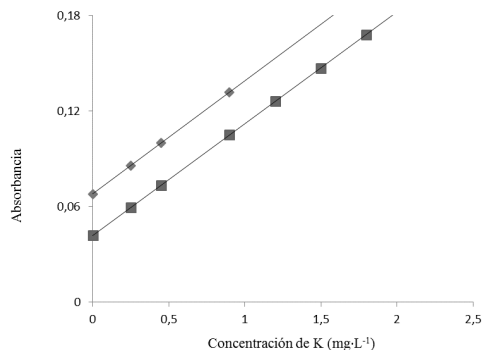


Figura 3. Comparación de las pendientes de las curvas de calibración (C.C.) y de adición estándar (A.E.) en la determinación por FAAS de K en la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka). A= Absorbancia; c = concentración en  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Figure 3. Slope comparison of the calibration curves (CC) standard addition (SA) in the determination by FAAS of K in Tahiti lime pulp (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka). A= Absorbance; c = concentration in  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

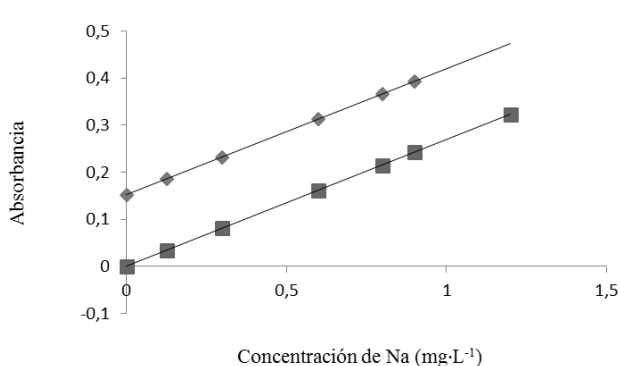


Figura 4. Comparación de las pendientes de las curvas de calibración (C.C.) y de adición estándar (A.E.) en la determinación por FAAS de Na en la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka). A= Absorbancia; c = concentración en  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Figure 4. Slope comparison of the calibration curves (CC) standard addition (SA) in the determination by FAAS of Na in Tahiti lime pulp (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka). A= Absorbance; c = concentration in  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

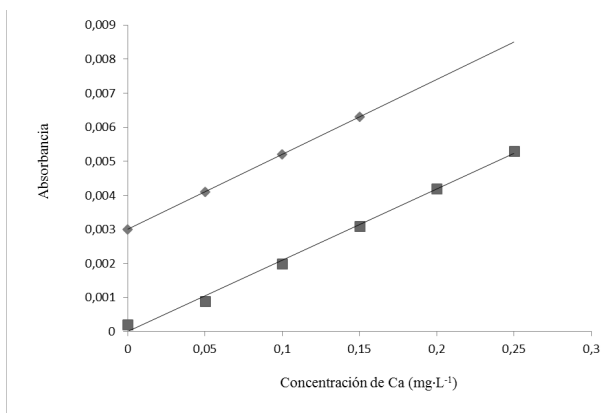


Figura 5. Comparación de las pendientes de las curvas de calibración (C.C.) y de adición estándar (A.E.) en la determinación por FAAS de Ca en la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka). A= Absorbancia; c = concentración en mg·L<sup>-1</sup>.

Figure 5. Slope comparison of the calibration curves (CC) standard addition (SA) in the determination by FAAS of Ca in Tahiti lime pulp (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka). A= Absorbance; c = concentration in mg·L<sup>-1</sup>.

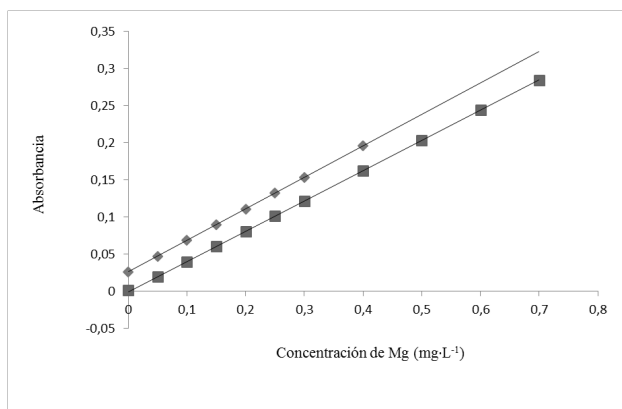


Figura 6. Comparación de las pendientes de las curvas de calibración (C.C.) y de adición estándar (A.E.) en la determinación por FAAS de Mg en la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu.Tanaka). A= Absorbancia; c = concentración en mg·L<sup>-1</sup>.

Figure 6. Slope comparison of the calibration curves (CC) standard addition (SA) in the determination by FAAS of Mg in Tahiti lime pulp (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka). A= Absorbance; c = concentration in mg·L<sup>-1</sup>.

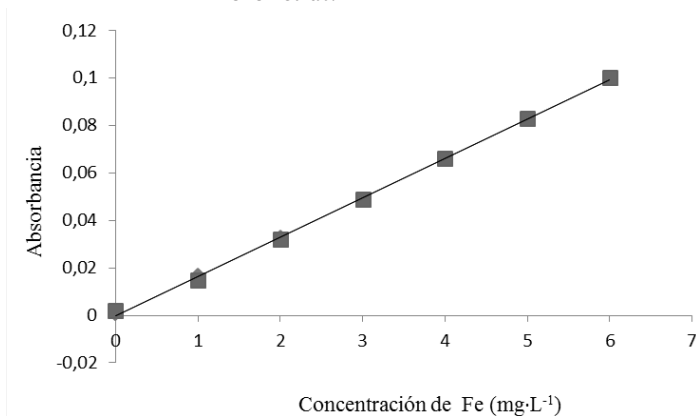


Figura 7. Comparación de las pendientes de las curvas de calibración (C.C.) y de adición estándar (A.E.) en la determinación por FAAS de Fe en la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka). A= Absorbancia; c = concentración en  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Figure 7. Slope comparison of the calibration curves (CC) standard addition (SA) in the determination by FAAS of Fe in Tahiti lime pulp (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka). A= Absorbance; c = concentration in  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

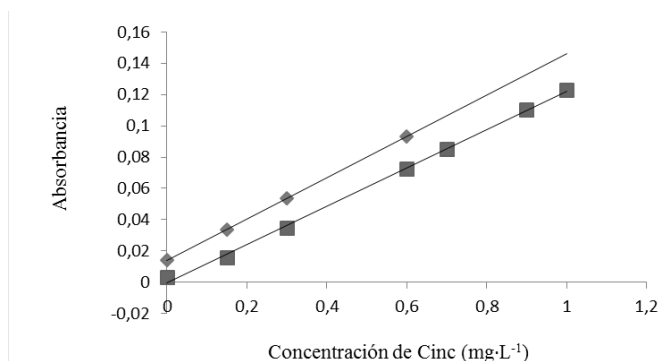


Figura 8. Comparación de las pendientes de las curvas de calibración (C.C.) y de adición estándar (A.E.) en la determinación por FAAS de Zn en la pulpa de lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka). A= Absorbancia; c = concentración en  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Figure 8. Slope comparison of the calibration curves (CC) standard addition (SA) in the determination by FAAS of Zn in Tahiti lime pulp (*Citrus x latifolia* (Yu. Tanaka) Yu. Tanaka). A= Absorbance; c = concentration in  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

**Cuadro 5.** Límites de detección y de cuantificación, y sensibilidad instrumental de Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, K, Na y Zn. empleado en FAAS en la pulpa de Lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).

**Table 5.** Limits of detection and quantification and instrumental sensitivity of Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, K, Na and Zn. using FAAS in the pulp of Tahiti lime (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).

Metal	$L_D$ (mg·L <sup>-1</sup> )	$L_Q$ (mg·L <sup>-1</sup> )	$C_o$ (mg·L <sup>-1</sup> )
K	0,3070	1,0900	0,5300
Na	0,0330	0,0920	0,0161
Ca	0,1465	0,5629	0,1900
Mg	0,0270	0,0720	0,0083
Zn	0,1730	0,5806	0,1412
Fe	0,4800	0,7654	0,0111
Cu	0,1080	0,3600	0,1075
Mn	0,1530	0,5100	0,0772

$L_D$ : Límite de detección;  $L_Q$ : Límite de cuantificación;  $C_o$ : Sensibilidad instrumental.

**Cuadro 6.** Contenido de minerales determinados espectrométricamente en la pulpa de Lima Tahití (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).

**Table 6.** Mineral content determined by spectrometry in the pulp Tahiti lime (*Citrus x latifolia* (Yu.Tanaka) Yu.Tanaka).

Metal	Concentración (mg·100 g <sup>-1</sup> pulpa)	Coefficiente de variación (% CV)
K	276,05 ± 10,76	3,89
Na	36,53 ± 1,53	4,18
Ca	100,66 ± 1,37	1,36
Mg	18,62 ± 0,70	3,75
Zn	0,38 ± 0,02*	5,26
Fe	1,38 ± 0,07*	5,07
Cu	ND (<0,216)	-
Mn	ND (< 0,306)	-

ND= no detectable; \* <límite de cuantificación.

inorgánicos mayoritarios de los cítricos y se encuentran combinados en la pectina o evitando la formación de sales insolubles (Larroca, 2010).

Entre los microminerales estudiados (zinc, manganeso, hierro y cobre), el cobre y el manganeso no pudieron ser detectados, debido a que las concentraciones de estos microminerales se encontraron en concentraciones por debajo del límite de detección de la técnica instrumental (FAAS) empleada para su determinación; mientras que el hierro y el zinc se detectaron en bajas concentraciones (1,38 y 0,38 mg·100g<sup>-1</sup> de pulpa, respectivamente), encontrándose por encima del límite de detección, pero por debajo del límite de cuantificación. Algunos autores como Rangel *et al.* (2011) y Barros *et al.* (2012) realizaron estudios donde se reportó el contenido de minerales en lima Tahití; sin embargo, las concentraciones obtenidas por estos autores difirieron de las obtenidas en esta investigación, lo cual podría deberse a factores agronómicos y climáticos; así como también por el tipo de tratamiento de muestra y el método de análisis empleado.

La pulpa de lima Tahití se podría considerar de manera general como una buena fuente de potasio, hierro, magnesio y calcio, debido a que una porción de 100 g de pulpa aporta entre un 5 y 10,06% de la ingesta necesaria de estos minerales de acuerdo la recomendación dietética RDI (acrónimo de la expresión en inglés: "Reference Daily Intake"), los cuales fueron establecidos por la FDA, USA (acrónimo de la expresión en inglés: "Food and Drug Administration, USA"). Así mismo en el cuadro 7 se

The concentrations of minerals K, Ca, Mg and Fe of the pulp of Tahiti lime are considered as a good source and might contribute to the daily requirements recommended by FDA.

*End of English version*

---

presenta el consumo diario que una persona requeriría de estos minerales según la FDA (Food and Nutrition Board/Institute of Medicine, 2003).

### Conclusión

La metodología empleada para la determinación de los metales K, Na, Fe, Zn, Ca y Mg presentes en la pulpa de lima Tahití, de acuerdo con la validación de los parámetros analíticos resultaron confiables, reproducibles y libres de interferencias. Además proporcionaron límites de detección, de cuantificación y sensibilidad instrumental adecuadas para este tipo de análisis empleando la técnica instrumental de FAAS.

Las concentraciones de los minerales K, Ca, Mg y Fe que posee la pulpa de lima Tahití se consideran como una buena fuente y podrían contribuir con los requerimientos diarios recomendados según la FDA.

### Literatura citada

- A.O.A.C. Official Method of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, 2000. 13 th.Edition, Washington, D.C. Sección 19.078, 19.079, 19.080.
- Barros, H., T., Ferreira and M. Genovese. 2012. Antioxidant capacity and mineral content of pulp and peel from commercial cultivars of citrus from Brazil. Food Chemistry 134:1892-

**Cuadro 7. Ingesta diaria de minerales aportados por diferentes alimentos según FDA.****Table 7. Daily intake of minerals provided by different foods according to FDA.**

Metal	Consumo diario (mg·100 g <sup>-1</sup> de pulpa)	Contenido del mineral en la pulpa de lima Tahiti (%)
K	3500	4,9
Na	1500	2,1
Ca	1000	10,1
Mg	400	4,6
Zn	15	2,0*
Fe	18	7,6*
Cu	1,1	ND
Mn	2,3	ND

ND= no detectable; \* <límite de cuantificación.

1898.

CODEX GENERAL STANDARD FOR FRUIT JUICES AND NECTARS. 2005. Codex Stan- 247. 19 p.

Colina, W. 2014. Determinación de Ca, Cu, Fe, Mg y Zn en una galleta a base de un subproducto del pseudofruto de *Anacardium occidentale* L. (Caujil) por técnicas espectrométricas. Trabajo Especial de Grado. Departamento de Química, Facultad Experimental de Ciencias. Universidad del Zulia. Maracaibo, Laboratorio de Instrumentación Analítica. 90 p.

Controsceri, G. 2013. Comparación de las concentraciones totales de Ca, Cu, Fe, Mg, K, Na y Zn en leches de cabra y vaca expandidas en la ciudad de Maracaibo. Trabajo Especial de Grado. Departamento de Química, Facultad Experimental de Ciencias. Universidad del Zulia. Maracaibo, Laboratorio de Instrumentación Analítica. 73 p.

COVENIN 1769-81. Norma Venezolana.

1981. Frutas tomas de muestras. Comisión Venezolana de Normas Industriales. Ministerio de Fomento. Fondonorma. 12 p.

Food and Nutrition Board/Institute of Medicine. 2003. Dietary Reference Intakes (DRI) for Calcium, Phosphorus, Magnesium, Vitamin D and Fluoride. Institute of Medicine of the National Academies. Washington DC. The National Academy Press, 2002. [en línea] enero 2003 [fecha de acceso 20 de mayo de 2004]. URL disponible en: <http://www.nap.edu/openbook/030906360/html>.

González, Y. 2012. Contenido de Cu, Mg, K, Na y Zn en espaguetis consumidos en la ciudad de Maracaibo evaluado espectrofotométricamente. Trabajo Especial de Grado. Departamento de Química, Facultad Experimental de Ciencias. Universidad del Zulia. Maracaibo, Laboratorio de Instrumentación Analítica. 59 p.

González, E., R., Dominguez, D., Moreno and



- C., García. 2010. Natural bioactive compounds of *Citrus limon* for food and health. *Journal of Pharmaceutical Biomedical Analysis* 51:327-345.
- Granadillo, V., M. Hernández y D. Fernández. 2008. Determinación de cobre y zinc en plasma sanguíneo de niños con Síndrome de Down. Maracaibo. Venezuela. Editorial Astro Data S.A. p. 30-31.
- Horwitz, L., R. Kamps and K.W. Boyer. 1980. Quality assurance in the analysis of foods and trace constituents. *Journal Association of Official Analytical Chemists* 63(6):1344-1354.
- Kader, A. y C. Pelayo. 2011. Tecnología poscosecha de cultivos hortofrutícolas. 3<sup>ra</sup> edición. Universidad de California, Centro de Información e Investigación en Tecnología Poscosecha. p. 426-427.
- La Pera, L., M. Saitta, G. Di Bella and G. Dugo. 2003. Simultaneous determination of Cd(II), Cu(II), Pd(II) and Zn(II) in citrus essential oils by derivative potentiometric stripping analysis. *Journal of Agricultural Food Chemistry* 51:1125-1129.
- Larocca, A. 2010. Anatomía, fisiología y composición de los cítricos. Universidad Nacional de Entre Ríos. 39 p.
- Marín, Z. 1996. Elementos de nutrición. Editorial Universidad Estatal a Distancia. 409 p.
- Martínez, J. y P. García. 2006. Nutrición humana. Universidad Politécnica de Valencia, España. 204 p.
- Miller, J.C. y J.N. Miller. 2005. Estadística y Quimiometría para Química Analítica. Prentice Hall. 4<sup>a</sup> Edición. impresa en España. p. 43-72, 111-152
- Morgay, FC. 2005. Quimiometría. Universidad de Valencia. PUV. España. p. 27-28.
- Pérez, F. y S. Zamora. 2002. Nutrición y alimentación humana. Universidad de Murcia. España. 307 p.
- Polti, A. 2013. Mejora del tamaño de fruta y control de la alternancia en mandarina 'Montenegrina' (*Citrus deliciosa* Tenore). Tesis de grado, Universidad de la República (Uruguay). Facultad de Agronomía. p. 1-15.
- Quiroga, J., F. Cardona, M. Parrado y J. Orduz. 2010. Comportamiento de la producción de lima Tahití (*Citrus latifolia* Tanaka), injertada sobre el patrón de Mandarina Cleopatra (*Citrus reticulata* Blanco) y la influencia del virus de la tristeza (CTV) en condiciones del piedemonte del Meta, 1997-2008. *Orinoquia* 14(1):5-15.
- Rangel, C., L. Carvalho, R. Fonseca, A. Soares and E., Oliveira de Jesús. 2011. Nutritional value of organic acid lime juice (*Citrus latifolia* T.), cv. Tahití. *Ciencia e Tecnología de Alimentos* 31(4):918-922.
- Segura, M. y P. Varó. 2009. Manipulador de comidas preparadas. Editorial Club Universitario. San Vicente. España. 249 p.
- Skoog, D., F. Holler y S. Crouch. 2008. Principios de análisis instrumental. 7ma. Edición. McGrawHill. p. 230-242.
- Solis, M. 2006. Determinación de las propiedades físico-químicas del limón (*Citrus limus*). Universidad Técnica de Ambato. 30 p.