

ADITIVOS ALIMENTARIOS

Colorantes artificiales. Determinación de arsénico.

COGUANOR NGO
34 147 h11

1. OBJETO

La presente norma tiene por objeto establecer el procedimiento para la determinación de arsénico, por el método Gutzeit modificado, en los colorantes artificiales usados como aditivos alimentarios.

2. CAMPO DE APLICACION

2.1 El método es aplicable para determinar si la muestra de colorante tiene un contenido de arsénico mayor al límite máximo permitido para los colorantes artificiales, y por lo tanto no es aplicable para determinar el contenido específico de arsénico en dichos colorantes.

2.2 El método es aplicable para cantidades de arsénico, como As, superiores a $1 \mu\text{g}$.

3. NORMAS COGUANOR A CONSULTAR

COGUANOR NGO 4 010 Sistema Internacional de Unidades (SI)
1a. Revisión

COGUANOR NGO 56 002 Precauciones básicas en el manejo de sustancias peligrosas en el laboratorio.

4. REACTIVOS O MATERIALES

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica reconocida y deben estar libres de arsénico; el agua debe ser destilada o de pureza equivalente.

4.1 Acido nítrico concentrado, $d = 1.40$

4.2 Acido sulfúrico concentrado, $d = 1.84$

4.3 Solución al 10% (m/v) de acetato de plomo. A esta solución se le debe agregar suficiente ácido acético para clarificarla.

4.4 Cintas de papel con acetato de plomo. Se cortan cintas de papel filtro de 70 mm x 50 mm y se remojan en la solución al 10% de acetato de plomo contenida en un envase de vidrio; antes de usarlas, se retiran las cintas de la solución y se dejan secar en una atmósfera libre de ácido sulfhídrico.

4.5 Lana de vidrio o de algodón, impregnada con acetato de plomo. Se satura la lana de vidrio o de algodón, con la solución al 10% de acetato de plomo, se escurre, se prensa y se seca bajo vacío a temperatura ambiente.

4.6 Solución de bromuro mercúrico. Se disuelven 5 g de bromuro mercúrico en 100 cm³ de etanol al 95% (v/v).

4.7 Cintas de papel sensibilizadas con bromuro mercúrico. Se cortan cintas de papel filtro de 70 mm x 50 mm y se remojan en la solución de bromuro mercúrico, contenida en un envase de color ámbar; dicho envase con su contenido deberá permanecer en un sitio oscuro durante el remojo. Antes de usar las cintas se remueven éstas de la solución, se prensan entre dos hojas de papel filtro y se secan en una atmósfera libre de ácido sulfhídrico.

Continúa

4.8 Solución aproximadamente 5 N de ácido sulfúrico.

4.9 Solución al 15% (m/v) de yoduro de potasio.

4.10 Solución de cloruro estannoso. Se disuelven 40 g de cloruro estannoso en 100 cm³ de ácido clorhídrico concentrado. La solución debe descartarse si se forma un depósito apreciable.

4.11 Granallas de cinc, de 0.5 a 1.0 mm de diámetro.

4.12 Solución concentrada de arsénico. En un vaso de precipitados de 100 cm³ se pesan con exactitud 0.1320 g de trióxido de arsénico y se disuelve en 2 cm³ de una solución al 5% de NaOH; se transfiere la solución a un matraz volumétrico de 1000 cm³, se enjuaga el vaso con varias porciones de agua, se transfieren los lavados al matraz volumétrico, y se lleva a volumen con agua destilada. Un centímetro cúbico de esta solución contiene 100 µg de arsénico como As.

4.13 Solución patrón de arsénico. Se transfieren 30 cm³ de la solución concentrada de arsénico (véase numeral 4.12), a un matraz volumétrico de 1000 cm³ y se lleva a volumen con agua destilada; esta solución debe prepararse en el momento que se va a usar. Un centímetro cúbico de solución patrón contiene 3.0 µg de arsénico como As.

5. APARATOS

5.1 Balanza analítica de precisión, que aprecie 0.1 mg.

5.2 Matraces Kjeldhal, de 800 cm³.

5.3 Probetas graduadas, de 100 cm³.

5.4 Pipetas graduadas, de 1 y 5 cm³, con perilla de seguridad.

5.5 Matraces volumétricos, de 50 cm³.

5.6 Pipetas volumétricas, de 10 y 25 cm³, con perillas de seguridad.

5.7 Fuente de calor.

5.8 Aparato para prueba de arsénico, con las características que se indican en la Fig. 1; véase página 3.

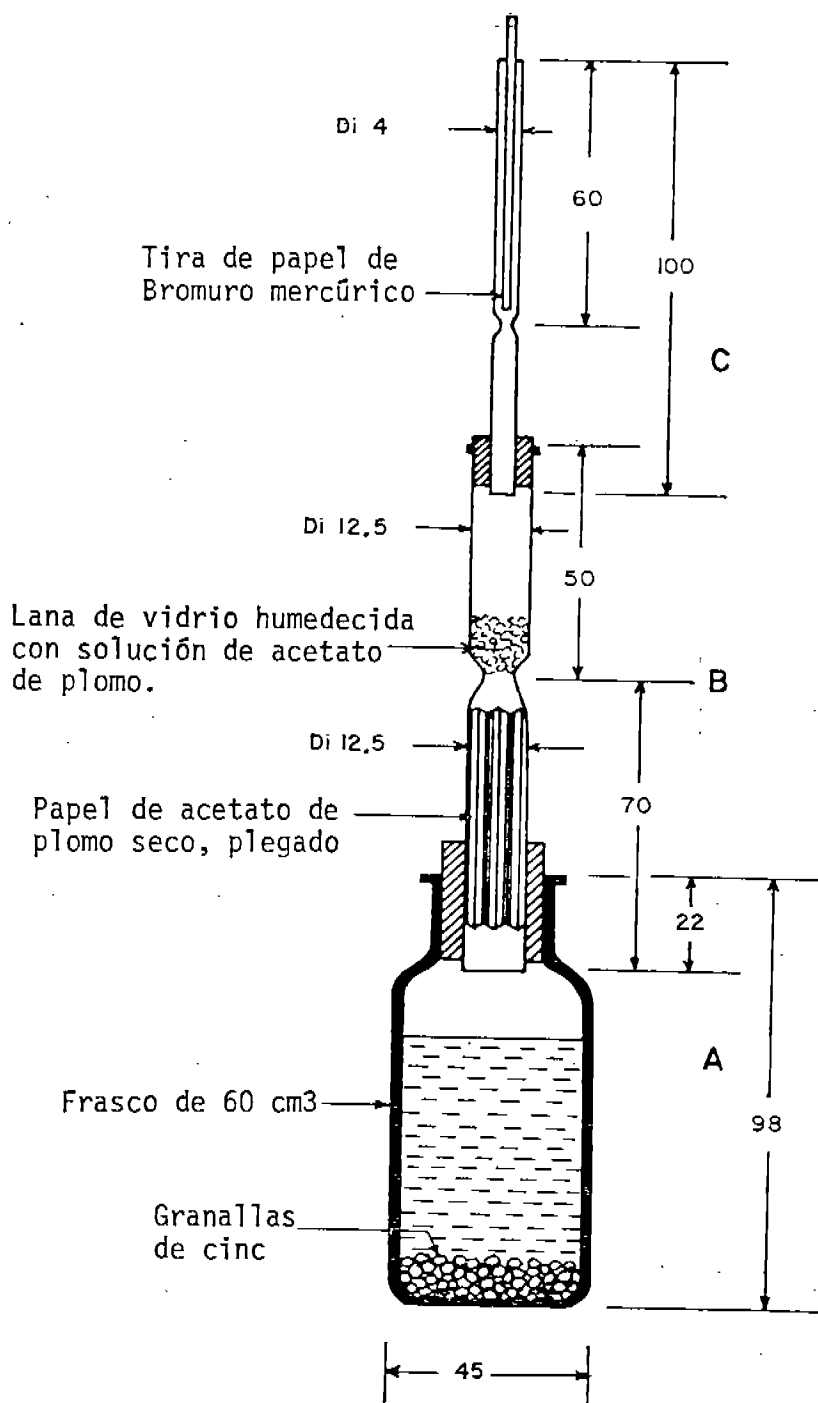
5.9 Instrumental de laboratorio.

6. PREPARACION DE LA MUESTRA

6.1 Se pesa con exactitud 1.0 g de la muestra del colorante y se transfiere cuantitativamente a un matraz Kjeldhal utilizando aproximadamente 5 cm³ de agua; se agregan cuidadosamente 5 cm³ de ácido nítrico concentrado y 5 cm³ de ácido sulfúrico concentrado.

Nota. Véase los capítulos referentes a ácido nítrico y a ácido sulfúrico, en la norma COGUANOR NGO 56 002.

6.2 Se inicia la digestión de la muestra colocando el matraz Kjeldhal sobre una plancha de asbesto provista de un agujero de 5 cm de diámetro, se calienta suavemente el matraz, descontinuoando el calentamiento si se produce espuma en forma excesiva; una vez quieta la reacción, se calienta nuevamente el matraz en forma cuidadosa.



Di = Diámetro interno
Dimensiones en milímetros

Fig. 1 Aparato para prueba de arsénico

6.3 Se mantienen las condiciones de oxidación en el matraz durante todo el tiempo que dure la digestión, agregando cuidadosamente pequeños volúmenes de ácido nítrico cada vez que la muestra empieza a oscurecerse. Se continúa la digestión hasta que la materia orgánica se destruya completamente y se haya liberado abundante cantidad de vapores de anhídrido sulfúrico. La solución final debe ser incolora o por lo menos de un color pajizo claro.

6.4 Para remover el ácido nitrosilsulfúrico, se deja enfriar un poco la solución, se agregan 25 cm³ de agua y se calienta nuevamente hasta que aparezcan humos de SO₃ en el cuello del matraz; se agregan de nuevo 25 cm³ de agua y se repite el calentamiento.

7. PROCEDIMIENTO.

7.1 Se acondiciona el aparato para prueba de arsénico (véase Fig. 1), en la forma siguiente:

7.1.1 Se coloca el papel con acetato de plomo, previamente secado, en la porción inferior del tubo B y en la porción superior del mismo se coloca la lana de vidrio tratada con la solución de acetato de plomo y humedecida con ésta misma solución al momento de colocarla en el tubo.

7.1.2 En el tubo C se coloca el papel sensibilizado con bromuro mercúrico y luego se conectan el tubo B y el C mediante el tapón de hule perforado.

7.1.3 Se transfiere cuantitativamente con un poco de agua la solución de la muestra (véase numeral 6.4) a la botella A, se agregan 10 cm³ de la solución aproximadamente 5 N de H₂SO₄, 0.5 cm³ de la solución de cloruro estannoso, 5 cm³ de la solución de yoduro de potasio y finalmente se lleva con agua a un volumen de aproximadamente 50 cm³.

7.1.4 Se mezcla el contenido de la botella y se agregan aproximadamente 10 g de las granallas de cinc; inmediatamente se coloca el tubo B en la boca de la botella A mediante un tapón de hule perforado.

7.2 Se coloca el aparato ensamblado en un lugar que esté a una temperatura de aproximadamente 40°C; después de 40 min se saca con pinzas la tira de papel que contiene el tubo C y se guarda en un frasco limpio de cierre hermético.

7.3. Se lleva a cabo el mismo procedimiento, usando 1 cm³ de la solución patrón de arsénico en vez de la muestra, y se compara la mancha obtenida con la que se obtuvo con la muestra, véase el numeral 7.2.

Nota. La cantidad de muestra, y la alícuota de la solución patrón de arsénico empleadas, se han establecido considerando un límite máximo de arsénico de 3 mg por 1000 g del colorante; si se desea determinar si una muestra cumple o no con un límite diferente de arsénico, se deberán hacer los ajustes correspondientes.

7.4 Si la longitud e intensidad de la mancha producida con la muestra no son mayores que las de la mancha producida con la solución patrón de arsénico, el contenido de arsénico como As en la muestra, no excede de 3 mg/kg.

8. EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 El contenido de arsénico como As en la muestra, se expresa como "Menor de 3 mg/kg", "Igual a 3 mg/kg" ó "Mayor de 3 mg/kg", según corresponda.

9. INFORME DEL ENSAYO O ANALISIS

En el informe del análisis debe indicarse lo siguiente:

9.1 El método usado y el resultado obtenido en la determinación.

Continúa

9.2 Cualquier condición no especificada en la norma o señalada como opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido en el resultado.

9.3 Todos los detalles necesarios que permitan la completa identificación de la muestra.

10. CORRESPONDENCIA

Para la elaboración de la presente norma se tomaron en cuenta las siguientes normas:

- a) Norma de la India IS: 1699-1974 "Methods of Sampling and Test for Food Colours (First Revision)"; y
- b) Norma de la India IS: 2088-1971 "Methods for determination of arsenic (First Revision)".

-ULTIMA LINEA-

