

ADITIVOS ALIMENTARIOS  
Colorantes artificiales. Determinación de plomo

COGUANOR NGO  
34 147 h12

1. OBJETO

La presente norma tiene por objeto establecer el método para la determinación de plomo 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 plomo mayor al límite máximo permitido para los colorantes artificiales, y por lo tanto no es aplicable para determinar el contenido específico de plomo en dichos colorantes.

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 prácticamente libres de plomo; el agua debe ser destilada o de pureza equivalente. Todas las soluciones deben guardarse en envases de vidrio al borosilicato.

4.1 Acido nítrico concentrado,  $d = 1.40$

4.2 Acido sulfúrico concentrado,  $d = 1.84$

4.3 Solución de citrato de amonio. Se disuelven 40 g de ácido cítrico en 90  $\text{cm}^3$  de agua, se agregan 2 ó 3 gotas de indicador rojo fenol y luego cuidadosamente se agrega amoníaco concentrado hasta que la solución tome coloración rojiza. Se extrae esta solución con la solución de extracción de ditizona (véase el numeral 4.4), empleando cada vez 20  $\text{cm}^3$  de la misma, hasta que la solución de ditizona conserve su color verde o permanezca invariable.

4.4 Solución de extracción de ditizona. Se disuelven 30 mg de ditizona en 1000  $\text{cm}^3$  de cloroformo, se agregan 5  $\text{cm}^3$  de etanol al 95% (v/v) y se mezcla; esta solución debe almacenarse en el refrigerador y no debe emplearse después de un mes de preparada. Antes de usar la solución se toma el volumen que se va a ocupar, y se agita en un embudo de separación, con aproximadamente la mitad de dicho volumen de una solución al 1% de ácido nítrico; se dejan separar las capas y se descarta el ácido nítrico.

4.5 Solución de clorhidrato de hidroxilamina. Se prepara en la forma siguiente:

4.5.1 Se disuelven 20 g de clorhidrato de hidroxilamina en una cantidad suficiente de agua para obtener aproximadamente 65  $\text{cm}^3$  de solución, se transfiere la solución a un embudo separador, se agregan unas gotas de indicador azul timol y luego se agrega amoníaco concentrado hasta que la solución tenga coloración amarilla.

Continúa

4.5.2 Se agregan 10 cm<sup>3</sup> de una solución al 4% de dietilditiocarbamato de sodio, se mezcla y se deja en reposo durante 5 min; se extrae la solución con porciones de cloroformo de 10 a 15 cm<sup>3</sup> cada una, hasta que al ensayar 5 cm<sup>3</sup> del extracto de cloroformo, éste no tome coloración amarilla cuando se lo agite con una solución diluida de sulfato cúprico.

4.5.3 A la solución remanente en el embudo separador, se le agrega ácido clorhídrico diluido hasta que ésta tome color rosado, adicionando 1 ó 2 gotas más del indicador azul timol si fuera necesario; finalmente se diluye con agua a 100 cm<sup>3</sup> y se mezcla.

4.6 Indicador de rojo fenol. Se disuelven 100 mg de fenolsulfonftaleína en 100 cm<sup>3</sup> de etanol al 95% (v/v) y se filtra si es necesario.

4.7 Indicador de azul timol. Se disuelven 100 mg de azul timol en 100 cm<sup>3</sup> de etanol al 95% (v/v) y se filtra si es necesario.

4.8 Amoniaco concentrado, d= 0.88 a 0.89

4.9 Solución de cianuro de potasio. Se disuelven 50 g de KCN en el volumen de agua suficiente para obtener 100 cm<sup>3</sup> de solución, se remueven las trazas de plomo presentes con la solución de extracción de ditizona en la forma indicada en el numeral 4.3; luego se extrae la ditizona remanente en la solución de cianuro, agitando ésta con cloroformo. Finalmente se diluye la solución de cianuro de potasio con un volumen suficiente de agua para que la concentración final sea de 10% (m/v).

4.10 Solución al 1% de ácido nítrico.

4.11 Solución patrón de ditizona. Se disuelven 10 mg de ditizona en 1000 cm<sup>3</sup> de cloroformo; la solución debe guardarse en un envase de vidrio libre de plomo, con tapadera de vidrio, apropiadamente protegido de la luz y en el refrigerador.

4.12 Solución amoniacal de cianuro de potasio. Se disuelven 2 g de KCN en 15 cm<sup>3</sup> de amoniaco concentrado y se diluye con agua a un volumen de 100 cm<sup>3</sup>.

4.13 Solución concentrada de nitrato de plomo. Se disuelven 159.8 mg de nitrato de plomo, Pb (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, en 100 cm<sup>3</sup> de solución al 1% de ácido nítrico, se diluye con agua a 1000 cm<sup>3</sup> y se mezcla; la solución debe prepararse y guardarse en recipientes de vidrio libres de sales de plomo.

4.14 Solución patrón de plomo. Se diluyen con agua 10 cm<sup>3</sup> de la solución concentrada de nitrato de plomo para obtener un volumen final de 100 cm<sup>3</sup>; esta solución debe prepararse el mismo día que se va a usar. La concentración de la solución es de 10 µg del ión plomo por cada centímetro cúbico de solución.

4.15 Solución de trabajo de plomo. 10 cm<sup>3</sup> de la solución patrón de plomo que contiene 10 µg/cm<sup>3</sup> se diluyen a 100 cm<sup>3</sup> con solución al 1% de ácido nítrico y se mezcla; esta solución debe prepararse inmediatamente antes de usarla. La concentración de esta solución es de 1 µg de plomo por cada centímetro cúbico de solución.

## 5. APARATOS

Todo el equipo de vidrio debe lavarse completamente con solución caliente al 50% de ácido nítrico y luego enjuagarse con agua destilada.

5.1 Balanza analítica de precisión, que aprecie 0.1 mg

5.2 Matraces Kjeldhal, de 800 cm<sup>3</sup>

Continúa

- 5.3 Probetas graduadas, de 100 cm<sup>3</sup>
- 5.4 Pipetas volumétricas, de 5 cm<sup>3</sup>, con perilla de seguridad
- 5.5 Pipetas graduadas, de 5 y 10 cm<sup>3</sup>, con perilla de seguridad
- 5.6 Embudos separadores, de 250 cm<sup>3</sup>
- 5.7 Fuente de calor
- 5.8 Instrumental de laboratorio

## 6. PREPARACION DE LA MUESTRA

6.1 Se pesa con exactitud 1 g de la muestra del colorante y se transfiere cuantitativamente al matraz Kjeldhal utilizando 5 cm<sup>3</sup> de agua; se agregan cuidadosamente 5 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico concentrado y 5 cm<sup>3</sup> 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, descontinuo el calentamiento si se produce espuma en forma excesiva; una vez quieta la reacción se calienta nuevamente el matraz en forma cuidadosa.

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 cm<sup>3</sup> de agua y se calienta nuevamente hasta que aparezcan humos de SO<sub>3</sub> en el cuello del matraz; se agregan de nuevo 25 cm<sup>3</sup> de agua y se repite el calentamiento.

## 7. PROCEDIMIENTO

7.1 Se deja enfriar la solución de la muestra digerida (véase el numeral 6.4) y se transfiere a un embudo separador de 250 cm<sup>3</sup>; se agregan 6 cm<sup>3</sup> de la solución de citrato de amonio, 2 cm<sup>3</sup> de la solución de clorhidrato de hidroxilamina, 2 gotas del indicador rojo fenol y se agrega amoníaco concentrado justamente hasta que la solución sea alcalina, lo cual se evidencia por el color rojo de la solución.

Nota. Véase lo referente a amoníaco en la norma COGUANOR NGO 56 002.

7.2 Se enfria la solución, si es necesario, bajo un chorro de agua, se agregan 2 cm<sup>3</sup> de la solución de cianuro de potasio e inmediatamente se extrae con porciones de 5 cm<sup>3</sup> cada una de la solución de extracción de ditizona, drenando cada extracto a un segundo embudo separador; se extrae la solución hasta que el último extracto conserve el color verde de la ditizona.

Nota. Véase lo referente a cianuros en la norma COGUANOR NGO 56 002.

Continúa

7.3 Se mezclan los extractos reunidos de ditizona con 20 cm<sup>3</sup> de solución al 1% de ácido nítrico y se agita durante 30 s; se descarta la capa de cloroformo, se agregan a la solución ácida remanente, 5 cm<sup>3</sup> de la solución patrón de ditizona y 4 cm<sup>3</sup> de la solución amoniacaal de cianuro de potasio, y se agita nuevamente durante 30 s para obtener el color púrpura característico del ditizonato de plomo, si hay plomo presente.

7.4 Se lleva a cabo el mismo procedimiento, usando 10 cm<sup>3</sup> de la solución de trabajo de plomo en vez de la muestra, y se compara la intensidad del color púrpura obtenida con la que se obtuvo con la muestra, véase el numeral 7.3.

Nota 1. Para facilitar la comparación de la intensidad de colores, pueden usarse tubos de Nessler.

Nota 2. La cantidad de muestra y la alícuota de la solución de trabajo de plomo empleadas, se han establecido considerando un límite máximo de plomo de 10 mg por 1000 g del colorante; si se desea determinar si una muestra cumple o no con un límite diferente de plomo, se deberán hacer los ajustes correspondientes.

7.5 Si la intensidad del color púrpura producida con la muestra no es mayor que la intensidad producida con la solución de trabajo de plomo, el contenido de plomo como Pb en la muestra, no excede de 10 mg/kg.

## 8. EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 El contenido de plomo como Pb en la muestra, se expresa como "Menor de 10 mg/kg", "Igual a 10 mg/kg" ó "Mayor de 10 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

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 los siguientes documentos:

- a) Norma de la India IS:1699-1974 "Methods of Sampling and Test for Food Colours (First Revision)"; y
- b) Método "Lead Limit Test" descrito en "Food Chemicals Codex, National Academy Press, Third Edition, Washington, D.C.", 1981.

- ULTIMA LINEA -