

## 1. OBJETO

La presente norma tiene por objeto establecer el método para la determinación de zinc en los colorantes artificiales usados como aditivos alimentarios.

## 2. 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

## 3. REACTIVOS O MATERIALES

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

3.1 Acido nítrico concentrado,  $d=1.40$

3.2 Acido sulfúrico concentrado,  $d=1.84$

3.3 Solución (1+49) de ácido sulfúrico

3.4 Solución (1+1) de ácido clorhídrico

3.5 Solución 0.1 N de ácido clorhídrico

Nota 1. Las soluciones indicadas en los numerales 3.4 y 3.5, solo se utilizan cuando la muestra va a prepararse por calcinación previa; véase numeral 5.1.2.

Nota 2. Los ácidos  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$  y  $\text{H}_2\text{SO}_4$  deben ensayarse, para comprobar que están libres de zinc, midiendo la absorción atómica de una muestra apropiadamente diluida; si los ácidos  $\text{HNO}_3$  y  $\text{HCl}$  están contaminados, pueden purificarse mediante destilación.

3.6 Solución patrón de zinc. Se disuelve 0.500 g de zinc metálico puro en 5 a 10  $\text{cm}^3$  de  $\text{HCl}$  concentrado, se evapora casi a sequedad y se diluye a un litro con agua. Esta solución contiene 500  $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ , y es estable indefinidamente.

3.7 Soluciones de trabajo de zinc. Se diluyen alícuotas de la solución patrón de zinc, con solución (1+49) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  o solución 0.1 N de  $\text{HCl}$ , dependiendo de la forma de preparación de la muestra (véase capítulo 5); se deben preparar como mínimo 5 soluciones de trabajo con concentraciones entre 0 y 10  $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ . Las soluciones deben prepararse en el día que se van a usar y no deben utilizarse pipetas menores de 2  $\text{cm}^3$ , ni matraces volumétricos menores de 25  $\text{cm}^3$ .

3.8 Papel filtro, de filtración rápida

## 4. APARATOS

4.1 Balanza analítica de precisión, que aprecie 0.1 mg

Continúa

4.2 Matraces Kjeldhal, de 300 a 500 cm<sup>3</sup>

4.3 Pipetas volumétricas, de 2 y 5 cm<sup>3</sup>, con perilla de seguridad

4.4 Probetas graduadas, de 50 cm<sup>3</sup>

4.5 Matraces volumétricos, de 100 cm<sup>3</sup>

4.6 Cápsulas de platino, previamente descontaminadas de trazas metálicas, por fusión de KHSO<sub>4</sub> y posterior lixiviación con solución al 10% de HCl.

4.7 Lámpara de rayos infrarojos

4.8 Horno de mufla

4.9 Vidrio de reloj

4.10 Baño de vapor

Nota 1. El equipo y aparatos indicados desde el numeral 4.6 al 4.10, solo se utilizan cuando la muestra va a prepararse por calcinación previa; véase el numeral 5.1.2.

Nota 2. Todo el material de vidrio debe ser de vidrio Pyrex y debe limpiarse antes de su uso con ácido nítrico caliente. Si se usan perlas de vidrio en la preparación de la muestra, éstas deben lavarse primero con una solución alcalina concentrada y luego con ácido nítrico caliente.

4.11 Espectrofotómetro de absorción atómica, capaz de leer a 213.8 nm.

4.12 Instrumental de laboratorio

## 5. PREPARACION DE LA MUESTRA

5.1 La muestra puede prepararse por uno de los métodos indicados a continuación:

### 5.1.1 Preparación de la muestra por oxidación con ácido nítrico

5.1.1.1 Se pesa con exactitud una cantidad de la muestra de colorante, que contenga 25 a 100 µg de zinc, 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 se calienta con mucho cuidado hasta que se aquiete la primera reacción vigorosa.

5.1.1.2 Se agregan 2 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico concentrado y se continúa el calentamiento, manteniendo las condiciones de oxidación mediante la adición de pequeños volúmenes de ácido nítrico, hasta que la solución sea incolora; debe evitarse usar una cantidad excesiva de HNO<sub>3</sub>, por el riesgo de contaminar con zinc la muestra.

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

5.1.1.3 Se continúa el calentamiento hasta que sean liberados humos densos de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y todo el ácido nítrico haya sido removido. Se enfría la solución, se diluye con aproximadamente 20 cm<sup>3</sup> de agua, se filtra a través de papel filtro, de filtración rápida, previamente lavado, y se recibe el filtrado en una matraz volumétrico de 100 cm<sup>3</sup>; se lleva a volumen con agua y se mezcla.

5.1.1.4 Si la solución preparada tiene una concentración superior al límite de lectura del espectrofotómetro, puede diluirse adicionalmente con solución (1+49) de ácido sulfúrico.

Continúa

5.1.1.5 Se debe preparar un blanco solamente con los reactivos, de acuerdo al procedimiento indicado anteriormente.

#### 5.1.2 Preparación de la muestra por calcinación

5.1.2.1 En una cápsula de platino, libre de contaminación metálica, se pesa con exactitud una cantidad de la muestra del colorante que contenga 25 a 100  $\mu\text{g}$  de zinc; se carboniza la muestra utilizando la lámpara de rayos infrarrojos y luego se coloca en el horno de mufla a una temperatura no mayor de 525°C, hasta que la muestra esté libre de carbón.

Nota. Para evitar la ignición de la muestra, se debe calentar lentamente el horno de mufla hasta llegar a la temperatura de 525°C.

5.1.2.2 Se disuelven las cenizas, bajo un vidrio de reloj, con un mínimo volumen de solución (1+1) de HCl; se agregan aproximadamente 20  $\text{cm}^3$  de agua y se evapora casi a sequedad en el baño de vapor. Se agregan 20  $\text{cm}^3$  de la solución 0.1 N de HCl y se continúa el calentamiento durante aproximadamente 5 min.

5.1.2.3 Se filtra la solución a través de papel filtro de filtración rápida, recibiendo el filtrado en un matraz volumétrico de 100  $\text{cm}^3$ ; se lava la cápsula y el filtro con varias porciones de la solución 0.1 N de HCl, utilizando 5 a 10  $\text{cm}^3$  cada vez; finalmente se lleva a volumen con la misma solución de HCl y semejala.

5.1.2.4 Si la solución preparada tiene una concentración superior al límite de lectura del espectrofotómetro, puede diluirse adicionalmente con solución 0.1 N de HCl.

5.1.2.5 Se debe preparar un blanco solamente con los reactivos, de acuerdo al procedimiento indicado anteriormente.

### 6. PROCEDIMIENTO

6.1 Se ajusta el espectrofotómetro de absorción atómica, de acuerdo a las instrucciones del fabricante, de manera de obtener las condiciones óptimas de lectura a 213.8 nm.

6.2 Se determina la absorbencia de la solución de la muestra, del blanco y de un mínimo de 5 soluciones de trabajo de zinc con concentraciones comprendidas entre los límites de lectura óptima; cada solución de trabajo debe leerse como mínimo 2 veces, una vez antes de las lecturas de la muestra y otra vez después de dichas lecturas. Entre las lecturas debe ajustarse el cero del espectrofotómetro, pulverizando agua en el quemador.

6.3 Se traza una curva de calibración con las lecturas obtenidas con las soluciones de trabajo de zinc.

6.4 Esta determinación se efectúa en duplicado

### 7. EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El contenido de zinc se expresa en miligramos de Zn por kilogramo de muestra y se calcula de la manera siguiente:

a) Con la absorbencia leída para la muestra y la curva patrón, se encuentra el contenido de zinc en microgramos por centímetro cúbico, y luego se aplica la fórmula siguiente:

$$C = \frac{L \times V}{m} \times F$$

Continúa

En la que:

C = Contenido de zinc en la muestra, expresado en miligramos de Zn por 1000 g. de muestra

L = Lectura en la curva de la concentración de zinc, expresada en microgramos por centímetro cúbico.

V = Volumen de la solución de la muestra, en centímetros cúbicos; véase los numerales 5.1.1.3 ó 5.1.2.3.

F = Factor de dilución de la muestra, en caso que se hubiesen efectuado diluciones adicionales; véase los numerales 5.1.1.4 ó 5.1.2.4.

m = Masa de la muestra original, en gramos

7.2 Repetibilidad. La diferencia entre los resultados de dos determinaciones realizadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, no deberá ser mayor del 5% del valor medio.

7.3 El resultado final será la media aritmética de las dos determinaciones, siempre que el requisito de repetibilidad se haya cumplido.

## 8. INFORME DEL ENSAYO O ANALISIS

En el informe del análisis debe indicarse lo siguiente:

8.1 El método usado y el resultado obtenido en cada determinación así como la media aritmética de las determinaciones.

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

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

## 9. CORRESPONDENCIA

Para la elaboración de la presente norma se tomó en cuenta el método 25.150 a 25.153, descrito en "Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, AOAC", 13a. Edición, 1980.

- ULTIMA LINEA -