

ADITIVOS ALIMENTARIOS

Colorantes artificiales. Determinación de mercurio

COGUANOR NGO

34 147 h14

1. OBJETO

La presente norma tiene por objeto establecer el método para la determinación de mercurio 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 Solución 18 N de H₂SO₄.

3.2 Solución 7 N de HNO₃.

3.3 Solución al 2% de Molibdato de sodio.

3.4 Solución (1+1) de HNO₃ - HClO₄.

3.5 Solución reductora. Se prepara mezclando 50 cm³ de H₂SO₄ con aproximadamente 300 cm³ de agua, se enfría a temperatura ambiente, se disuelven en la solución 15 g de NaCl, 15 g de sulfato de hidroxilamina y 25 g de SnCl₂, y se diluye a un volumen final de 500 cm³.

3.6 Solución diluyente. Se prepara de la manera siguiente: se colocan 300 a 500 cm³ de agua en un matraz aforado de 1000 cm³, se agregan 58 cm³ de HNO₃ y 67 cm³ de H₂SO₄, y se diluye a volumen con agua.

3.7 Perclorato de magnesio, como agente desecante para usar en el frasco de filtración (véase Fig.1), el cual debe reemplazarse cuando sea necesario.

PRECAUCION: El Mg (ClO₄)₂ es explosivo cuando entra en contacto con sustancias orgánicas.

3.8 Soluciones estándares de mercurio.

3.8.1 Solución patrón. Se prepara disolviendo 0.1354 g de HgCl₂ en 100 cm³ de agua; esta solución contiene 1000 µg de mercurio por centímetro cúbico.

Nota. Véase el capítulo referente a sales de mercurio en la Norma COGUANOR NGO 56 002.

3.8.2 Solución de trabajo. Se prepara diluyendo 1 cm³ de la solución patrón a 1000 cm³ con solución 1N de H₂SO₄, esta solución contiene 1 µg de mercurio por centímetro cúbico; la solución debe prepararse el mismo día que se va a usar.

Continúa

4. APARATOS

4.1 Balanza analítica de precisión, que aprecie 0.1 mg.

4.2 Aparato para análisis de absorción atómica sin llama, véase Fig. 1.

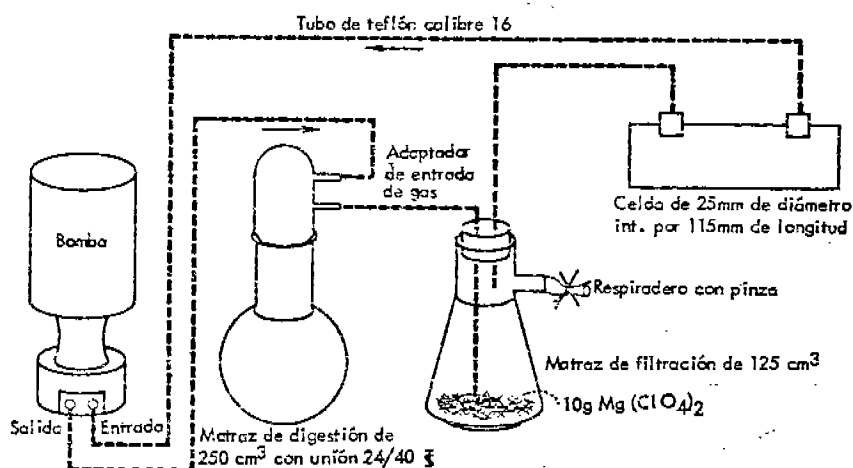


Fig. 1 Aparato para análisis de absorción atómica sin llama

4.3 Espectrofotómetro de absorción atómica, equipado con una lámpara de cátodo hueco de mercurio y una celda para corriente de gas (véase Fig. 1) de 25 mm de diámetro interno por 115 mm de longitud con ventanas de cuarzo adheridas con cemento. Las condiciones de operación son: longitud de onda 253.7 nm, amplitud de abertura 160 μ m, lámpara con corriente de 3 mA y sensibilidad de la escala 2.5.

4.4 Bomba de diafragma. Se debe cubrir el diafragma y las partes internas de la bomba con un aerosol plástico del tipo acrílico. Para todas las conexiones debe usarse tubo de teflón calibre 16.

4.5 Condensador de agua, de 12 a 18 mm de diámetro interno x 400 mm de longitud, de vidrio al borosilicato, con unión de vidrio esmerilado 24/40 ξ , modificado para contener anillos Raschig de 6 mm. El condensador debe llenarse hasta una altura de 100 mm con los anillos Raschig, y sobre estos se coloca una capa de 20 mm de perlas de vidrio de 4 mm de diámetro.

4.6 Adaptador de entrada de gas con unión de vidrio esmerilado 24/40 ξ .

4.7 Matraces de digestión. Se debe usar matraces para ebullición de fondo plano, de 250 cm³ con unión 24/40 ξ de vidrio esmerilado.

4.8 Matraz de filtración, de 125 cm³.

4.9 Perlas de vidrio, de 4 mm de diámetro.

4.10 Pipetas volumétricas, de 1.0, 20 y 25 cm³, con perillas de seguridad.

4.11 Pipetas graduadas, de 1 cm³.

4.12 Hornilla de plancha.

4.13 Matraz aforado, de 100 cm³.

4.14 Instrumental de laboratorio.

Nota. Todo el material de vidrio debe ser enjuagado con solución (1+9) de HNO₃ antes de usarse.

Continúa

5. PROCEDIMIENTO

5.1 Se pesa 1.0 g de la muestra de colorante en un matraz de digestión, se agregan 25 cm³ de la solución 18 N de H₂SO₄, 20 cm³ de la solución 7 N de HNO₃, 1 cm³ de la solución al 2% de molibdato de sodio y 5 a 6 perlas de vidrio; se conecta al condensador (con agua circulando a través de su doble pared) y se aplica calor suave durante aproximadamente 1 h.

5.2 Se remueve la fuente de calor y se deja en reposo durante 15 min; a través del tubo central del condensador se agregan 20 cm³ de la solución (1+1) de HNO₃ - HClO₄, se cierra la entrada de agua al condensador, se lleva a ebullición vigorosa hasta que aparezcan humos blancos en el matraz y se continúa el calentamiento durante 10 min; debe tenerse cuidado de que no se llegue a sequedad debido al peligro de explosión.

Nota. La técnica de oxidación húmeda está entre los usos más peligrosos de los ácidos, pero se puede realizar en forma segura si se toman todas las precauciones especificadas para cada ácido en particular y si se siguen rigurosamente las indicaciones dadas en el método específico que se está usando; véase los capítulos referentes a H₂SO₄, HNO₃ y HClO₄, en la norma COGUANOR NGO 56 002.

5.3 Se deja enfriar la solución de la muestra y cuidadosamente se agregan 10 cm³ de agua a través del tubo central del condensador mientras se agita con movimiento circular la solución en el matraz; se lleva nuevamente a ebullición la solución durante 10 min, se retira la fuente de calor y se lava el tubo central del condensador con 3 porciones de agua de 15 cm³ cada una.

5.4 Se enfría la solución a temperatura ambiente y luego, utilizando agua, se transfiere completamente la muestra digerida a un matraz aforado de 100 cm³, completando el volumen con agua.

5.5 De la solución anterior se transfiere una alícuota de 25 cm³ (o menos si es necesario) a otro matraz de digestión y se ajusta el volumen a aproximadamente 100 cm³ con la solución diluyente, (véase el numeral 3.6).

5.6 Se ajusta la capacidad de la bomba a aproximadamente 2 L de aire por minuto regulando la velocidad de la bomba mediante un transformador variable; se conecta el aparato como se indica en la figura 1 excepto el adaptador de entrada de gas.

5.7 Con la bomba trabajando y el espectrofotómetro ajustado a cero se agregan 20 cm³ de la solución reductora (véase el numeral 3.5) a la alícuota diluida; inmediatamente se conecta el adaptador de entrada de gas y se hace pasar aire durante aproximadamente 3 min, ajustando este tiempo para obtener la máxima absorbencia.

5.8 Se anota la absorbencia, se desconecta la presión en la "salida" de la bomba y se abre el respiradero del matraz de filtración para limpiar el sistema.

5.9 Esta determinación se efectúa en duplicado.

6. PREPARACION DE LA CURVA PATRON

6.1 Se prepara el blanco reactivo y varias soluciones de mercurio, de concentración conocida, agregando 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 y 1.0 µg de mercurio a una serie de matraces de digestión; a cada matraz se agrega 100 cm³ de la solución diluyente y se continúa en la forma indicada en los numerales 5.6 a 5.8.

6.2 Se traza la curva patrón de absorbencia contra microgramos de mercurio utilizando la regresión lineal de mínimos cuadrados o se usa una calculadora que pueda realizar operaciones de regresión lineal, véase el numeral 10.1 en el Anexo de la presente norma.

Continúa

7. EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El contenido de mercurio se expresa en miligramos de Hg por kilogramo de muestra y se calcula en la forma siguiente:

a) Con la absorbencia leída para la muestra y la curva patrón, se encuentra el contenido de mercurio, en microgramos, presente en la alícuota ensayada (véase nota) y luego se aplica la siguiente ecuación:

$$C = \frac{L \times 100}{m \times V}$$

En la que:

C = Contenido de mercurio en la muestra, expresado en miligramos de Hg en 1 000 g de muestra

L = Microgramos de mercurio presentes en la alícuota ensayada

m = Masa de la muestra original, en gramos; o sea 1.0 g

V = Alícuota tomada, en centímetros cúbicos, véase el numeral 5.5

Nota. Si los microgramos de mercurio determinados caen fuera de los límites de calibración, se debe repetir el procedimiento usando una alícuota menor para estar dentro de la curva patrón.

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 10% del valor medio.

7.3 El resultado final será la media aritmética de las 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

La presente norma concuerda con el método 25.110 a 25.112 descrito en "Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists A.O.A.C." 13a. edición, 1980.

Continúa

10.1 Deducción de la ecuación de la curva estándar mediante la técnica de los mínimos cuadrados. Esta técnica determina la línea recta que mejor se adapta a una serie de datos concernientes a una curva estándar. Por este método se calcula aquella línea recta cuya suma de los cuadrados de las desviaciones verticales es menor que la correspondiente suma de los cuadrados de las desviaciones de cualquiera otra línea. La ecuación de la línea recta es:

$$Y = a X + b$$

En la que:

X, Y = Coordenadas de los puntos

a = Pendiente de la línea

b = Intersección de la línea con la coordenada vertical (X = 0)

Para estimar los mínimos cuadrados de las constantes (a) y (b), se emplean las siguientes ecuaciones:

$$a = \frac{\sum (X_i Y_i) - [(\sum X_i \sum Y_i)/n]}{\sum X_i^2 - (\sum X_i)^2/n}$$

$$b = \bar{Y} - a \bar{X}$$

En las que:

\sum = "sumatoria de" los n valores individuales de la operación indicada

\bar{X}, \bar{Y} = Valores promedios de X y Y

X_i, Y_i = Valores individuales de X y Y

Ejemplo con valores hipotéticos. Supongamos que se tienen los siguientes valores experimentales para trazar una curva estándar de un elemento cualquiera:

<u>Observación No. (i)</u>	<u>Concentración X_i</u>	<u>Absorbencia Y_i</u>
1	80	1.270
2	60	1.000
3	40	0.700
4	30	0.550
5	20	0.250
6	10	0.100
7	0	0.050

Para encontrar "la mejor" línea recta que relacione la absorbencia (Y) con la concentración (X), se procede en la forma siguiente:

Observación No. (i)	Concentración X_i	Absorbencia Y_i	X_i^2	$X_i Y_i$
1	80	1.270	6400	101.6
2	60	1.000	3600	60.0
3	40	0.700	1600	28.0
4	30	0.550	900	16.5
5	20	0.250	400	5.0
6	10	0.100	100	1.0
7	0	0.050	0	0.0
Totales n=7	$\sum X_i = 240$	$\sum Y_i = 3.92$	$\sum X_i^2 = 13000$	$\sum (X_i Y_i) = 212.1$

$$\bar{X} = \sum X_i / n = 240 / 7 = 34.29$$

$$\bar{Y} = \sum Y_i / n = 3.92 / 7 = 0.56$$

$$a = \frac{212.1 - (240)(3.92)/7}{13000 - (240)^2/7} = \frac{77.7}{4771} = 0.0163$$

$$b = 0.56 - 0.0163(34.29) = 0.001$$

La mejor ecuación sería:

$$Y = 0.0163 X + 0.001$$

Si por ejemplo, $A = 0.82$, la concentración correspondiente (X) sería:

$$X = (Y - 0.001) / 0.0163 = 0.819 / 0.0163 = 50.25$$

Nota. Algunas calculadoras científicas y estadísticas se pueden programar para llevar a cabo estos cálculos.

-ULTIMA LINEA-